COSMETIC COMPOSITION CONTAINING SILOXANE-BASED POLYAMIDES AS THICKENING AGENTS

Publication number: JP2001512164T

Publication date:

2001-08-21

Inventor: Applicant: Classification:

- international:

A61K8/00; A61K8/26; A61K8/40; A61K8/41; A61K8/88;

A61K8/89; A61K8/891; A61K8/895; A61K8/896; A61K8/898; A61Q15/00; A61Q17/02; A61Q19/00; C08G69/26; C08G69/42; C08G77/388; C08G77/42; C08G77/455; C08L77/06; C08L83/08; A61K8/00; A61K8/19; A61K8/30; A61K8/72; A61Q15/00; A61Q17/02; A61Q19/00; C08G69/00; C08G77/00; C08L77/00; C08L83/00; (IPC1-7): C08G69/26; A61K7/32; A61K7/48; C08G77/455; C08L77/06

- European:

A61K8/898; A61Q15/00; C08G69/42; C08G77/455

Application number: JP20000505224T 19980730

Priority number(s): US19970904709 19970801; WO1998US15846

19980730

Also published as:

WO9906473 (A1)
US6353076 (B1)
US6051216 (A1)
ZA9806823 (A)
EP1000112 (A0)

more >>

Report a data error here

Abstract not available for JP2001512164T

Abstract of corresponding document: WO9906473

An invention is disclosed which comprises siloxane-based polyamides as gelling agents for cosmetic products, methods for making such agents, formulations thereof and cosmetic formulations therewith. These polyamides contain siloxane groups in the main chain and act to thicken compositions containing volatile and/or non-volatile silicone fluids. Cosmetic compositions may be made by adding at least one active ingredient such as an antiperspirant.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11)特許出願公表番号 特表2001-512164 (P2001-512164A)

(43)公表日 平成13年8月21日(2001.8.21)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I デーマヨート* (参考)
C 0 8 G 69/26		C 0 8 G 69/26 4 C 0 8 3
A61K 7/32		A 6 1 K 7/32 4 J 0 0 1
7/48		7/48 4 J O O 2
C 0 8 G 77/455		C 0 8 G 77/455 4 J 0 3 5
CO8L 77/06		C 0 8 L 77/06
2002,00		審查請求 未請求 予備審查請求 有 (全 67 頁)
(21)出願番号	特顧2000-505224(P2000-505224)	(71)出願人 コルゲート・パーモリブ・カンパニー
(86) (22)出顧日	平成10年7月30日(1998.7.30)	COLGATE-PALMOLIVE C
(85)翻訳文提出日	平成12年2月1日(2000.2.1)	OMPANY
(86)国際出願番号	PCT/US98/15846	アメリカ合衆国ニューヨーク州10022, ニ
(87)国際公開番号	WO99/06473	ューヨーク, パーク・アペニュー 300
(87)国際公開日	平成11年2月11日(1999.2.11)	(71)出願人 ダウ・コーニング・コーポレーション
	08/904, 709	アメリカ合衆国ミシガン州48686, ミッド
(32) 優先日	平成9年8月1日(1997.8.1)	ランド、ウエスト・ザルツブルク・ロード
(33) 優先権主張国	*国 (US)	2200. シーオー 1232
	X (00)	(74)代理人 护理士 社本 一夫 (外5名)
		HANGEN MEET IT NOTED
		最終頁に続く

(54)【発明の名称】 増粘剤としてのシロキサンーベースのポリアミド類を含有する化粧品組成物

(57) 【要約】

本発明は、化粧品用のゲル化剤としてのシロキサンーベースのポリアミド類、かかる薬剤の製造法、その配合物及びそれを用いた化粧品配合物を開示する。これらのポリアミド類は主質にシロキサン基を含み、揮発性及び/または非一揮発性流体を含有する組成物を増粘させる。化粧品組成物は、例えば、発汗抑制剤などの少なくとも1種の活性成分を添加することにより製造することができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 以下の式A:

【化1】

$$R^1$$
 R^2
 $-[C(O)-X-[SiO]_{DP}Si-X-C(O)NH-Y-NH]_{n^2}$
式 A R^3 R^4

[式中、(1) nは1~500からなる群から選択される数であり、但しnはポリアミド中の単位の数であり;

- (2) DPはポリアミドのシロキサン部分の平均重合度を表し、1~700からなる群から選択され:
- (3) Xは1~30個の炭素原子を有する線状または分岐鎖アルキレンであり;
- (4) R¹~R⁴はそれぞれ、メチル、エチル、プロピル、イソプロピル、シロキサン鎖及びフェニルからなる群から独立して選択され、但しフェニルはメチル及びエチルからなる群から選択される1~3個の部材により場合により選択されていてもよく;
- (5) Yは1~40個の炭素を有する線状または分岐鎖アルキレン類からなる群から選択され;但し
- (a) アルキレン基は場合によりさらに
- (i)1~3個のアミド結合:
- (ii)C5またはC6シクロアルカン:及び
- (iii)C1~C3アルキルからなる群から独立して選択される1~3個の部材により場合により置換されたフェニレン

からなる群の少なくとも1個の部材をアルキレン部分に含有しても良く;及び (b) アルキレン基それ自体は場合により、

(i)ヒドロキシ:

(ii)C3~C8シクロアルカン;

(iii)C1~C3アルキルからなる群から独立して選択される1~3個の部材;

C1~C3アルキルからなる群から独立して選択される1~3個の部材により場合により置換されたフェニル;及び

(iv)C1~C3アルキルヒドロキシ;及び

(V)C1~C6アルキルアミン

からなる群から選択される少なくとも1個の部材により置換されていてもよく、 または

YはZであってもよく、但し、Z=T(R^{20})(R^{21})(R^{22})であり、 R^{20} 、 R^{21} 及び R^{22} はそれぞれ、線状及び分岐C1~C10Tルキレン類からなる群から独立して選択され、TはCR(但し、Rは水素からなる基、 R^{1} ~ R^{4} に関して定義された群からなる基から選択される)並びにN、P及びA1から選択される三価の原子からなる群から選択され、但し、X、Y、DP及び R^{1} ~ R^{4} のそれぞれの値はポリアミドのそれぞれの単位の中で同一でも異なっていても良い]により表される単位から形成されるシロキサンーベースのポリアミド。

【請求項2】 前記ポリアミドのそれぞれのDPが15~500の範囲の数である、請求項1に記載のポリアミド。

【請求項3】 前記ポリアミドのそれぞれのDPが15~45の範囲の数である、請求項1に記載のポリアミド。

【請求項4】 前記ポリアミドのnの値が $1\sim100$ の範囲の数である、請求項1に記載のポリアミド。

【請求項 5】 前記ポリアミドのnの値が、 $4 \sim 25$ の範囲の数である、請求項 1 に記載のポリアミド。

【請求項6】 Xが3~10個の炭素を有する、請求項1に記載のポリアミド

【請求項7】 Xが10個の炭素を有する、請求項1に記載のポリアミド。

【請求項8】 前記ポリアミドのそれぞれのYが同一でも異なっていても良く、2~6個の炭素を有する、請求項1に記載のポリアミド。

【請求項9】 $R^1 \sim R^4$ のそれぞれがメチル及びエチルから選択される、請求項1に記載のポリアミド。

【請求項10】 R¹~R⁴のそれぞれがメチルである、請求項1に記載のポリ

アミド。

【請求項11】 前記ポリアミドが式Ⅰ:

【化2】

【請求項12】 R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 のそれぞれがメチルである、請求項1 1に記載のポリアミド。

【請求項13】 以下の式:

【化3】

(但し、DP=15~500である)を有する、請求項12に記載のポリアミド

【請求項14】 DP=15~45である、請求項13に記載のポリアミド。

【請求項15】 前記ポリアミドが式 II:

【化4】

(式中、DP1及びDP2はそれぞれ、DPに関して定義された群から独立して 選択され;mはnに関して定義されたものと同一群から選択され;n及びmはカ ッコ内に含まれる単位の総数を表し、個々の単位は規則的、交互、ブロックまた はランダム配列に配置され; $R^5 \sim R^8$ はそれぞれ、 $R^1 \sim R^4$ に関して定義されたものと同一群から独立して選択される)に示されるような複数種類のシロキサンブロック長を含む、請求項1に記載のポリアミド。

【請求項16】 R $1\sim$ R8のそれぞれがメチルである、請求項15に記載のポリアミド。

【請求項17】 DP1=DP2である、請求項15に記載のポリアミド。

【請求項18】 R $1 \sim R 8$ のそれぞれがメチルであり、DP 1 = DP 2である、請求項15に記載のポリアミド。

【請求項19】 前記ポリアミドが式 I I I:

【化5】

式Ⅲ

(式中、 Y^1 はYに関して定義したものと同一群から選択される)に示されるような構造を有する、請求項1に記載のポリアミド。

【請求項20】 $R^1 \sim R^8$ のそれぞれがメチルである、請求項19に記載のポリアミド。

【請求項21】 DP1=DP2である、請求項19に記載のポリアミド。

【請求項22】 $R^1 \sim R^8$ のそれぞれがメチルであり、DP1 = DP2である、請求項20に記載のポリアミド。

【請求項23】 前記ポリアミドが式 IV:

【化6】

VI た.

[式中、 $R^9 \sim R^{12}$ のそれぞれは、 $R^1 \sim R^4$ に関して定義した群から独立して選択され;Z=T(R^{20})(R^{21})(R^{22})であり、 R^{20} 、 R^{21} 及び R^{22} はそれぞれ、線状及び分岐C1~C10Tルキレン類からなる群から独立して選択され;TはCR(但し、Rは水素からなる基、 $R^1 \sim R^4$ に関して定義された群からなる基から選択される)並びにN、P及びA1から選択される三価の原子からなる群から選択される]に示されるような構造を有する、請求項1に記載のポリアミド

【請求項24】 DP1~DP3のそれぞれが15~45の範囲から独立して 選択される、請求項23に記載のポリアミド。

【請求項25】 m=m+n+pの5~20%である、請求項25に記載のポリアミド。

【請求項26】 $R^1 \sim R^{12}$ がそれぞれメチルである、請求項23に記載のポリアミド。

【請求項27】 TがNである、請求項24に記載のポリアミド。

【請求項28】 R^{20} 、 R^{21} 、及び R^{22} のそれぞれがエチレンである、請求項23に記載のポリアミド。

【請求項29】 $Z = (-CH_2CH_2)_3N$ である、請求項23に記載のポリアミド。

【請求項30】 式:

【化7】

[式中、 $X=-(CH_2)_{10}-$ 、 $Y=-(CH_2)-$; $DP=15\sim45$; $m=m+n+pの5\sim20%$; 及び $Z=(-CH_2CH_2)_3$ Nである]を有する、請求項23に記載のポリアミド。

【請求項31】 (a) 請求項1に記載の少なくとも1種のシロキサンーベースのポリアミドを組成物の全重量をベースとして0.5~80重量パーセント; (b) シリコーン流体5~95重量パーセント; 及び

(c) (a) + (b) が100パーセントに等しくない場合、これを100パーセントにするのに充分な量の溶媒の部分(但し、溶媒は溶媒からなる群から選択される)

を混合することにより製造するベース組成物。

【請求項32】 (a) (i) 請求項1に記載の少なくとも1種のシロキサンーベースのポリアミドを組成物の全重量をベースとして0.5~80重量パーセント;

(i i) シリコーン流体5~95重量パーセント

を混合することにより製造するベース組成物;及び

(b) 化粧品的に活性な添加剤と化粧品的に許容可能な溶媒とからなる群から選択される少なくとも1種の追加の成分、但し、添加する追加の成分の全量は化粧品組成物の全重量をベースとして0.1~85重量%の範囲であるを混合することにより製造する化粧品組成物。

【請求項33】 ゲルであって、シロキサンーベースのポリアミドの量が0. 5~8%である、請求項32に記載の化粧品組成物。 【請求項34】 スティックであって、シロキサンーベースのポリアミドの量が5~30%である、請求項32に記載の化粧品組成物。

【請求項35】 組成物の全重量をベースとして、

- (a) (i) 請求項1に記載の少なくとも1種のシロキサンーベースのポリアミド $0.5 \sim 80$ 重量パーセント;
- (ii) シリコーン流体5~95重量パーセント;及び
- (i i i) 場合により少なくとも1種の溶媒40重量パーセント以下

を混合することにより製造するベース組成物;及び

- (b) (i) 発汗抑制活性剤 0.1~30 重量パーセント;
- (ii) 芳香剤 0.5~30重量パーセント;
- (i i i) 静菌薬 0.2~1.0重量パーセント;
- (i v) 界面活性剤 0~15重量パーセント;
- (v) サンスクリーン有効量:
- (vi) 昆虫忌避剤有効量

からなる群から選択される少なくとも1種の追加の成分0.1~85重量パーセント;及び

(c) 水及び他の化粧品的に許容可能な成分から選択される少なくとも 1 種の追加の成分

を混合することにより製造する化粧品組成物。

【請求項36】 シロキサンーベースのポリアミドの量が0.5~8重量パーセントの範囲である、請求項35に記載の化粧品組成物。

【請求項37】 シロキサンーベースのポリアミドの量が6~20重量パーセントの範囲である、請求項35に記載の化粧品組成物。

【請求項38】 前記シリコーン流体が、揮発性シリコーン類、非-揮発性シリコーン類及びこれらの任意の混合物からなる群から選択される、請求項35に記載の化粧品組成物。

【請求項39】 前記シリコーン流体が、ジメチコーン類、フェニルトリメチコーン、及びC1~C6アルキルまたはフェニルにより場合により置換されている環に4~6個のシロキサン単位を有する環式シロキサン類からなる群から選択

される、請求項38に記載の化粧品組成物。

【請求項40】 前記化粧品活性成分が、アルミニウムクロロハイドレート、塩化アルミニウム、アルミニウムセスキクロロハイドレート、ジルコニルヒドロキシクロリド、アルミニウムージルコニウムグリシン錯体、アルミニウムクロロハイドレックスPEG、アルミニウムジクロロハイドレックスPEG、アルミニウムジクロロハイドレックスPEG、アルミニウムジクロロハイドレックスPEG、アルミニウムジクロロハイドレックスPEG、アルミニウムジクロロハイドレックスPEG、アルミニウムニトラトハイドレートとジルコニルヒドロキシクロリド及びナイトレートとの組み合わせ、並びにアルミニウムー第一錫クロロハイドレートからなる群から選択される発汗抑制剤である、請求項32に記載の化粧品組成物。

【請求項41】 前記静菌剤が、2-Pミノー2-メチルー1-プロパノール (AMP)、セチルートリメチルアンモニウムブロミド、セチルピリジニウムクロリド、2, 4, 4, -トリクロロー2, -ヒドロキシジフェニルエーテル、N-(4-クロロフェニル)-N, -(3, 4-ジクロロフェニル) ウレア及び亜鉛塩からなる群から選択される、請求項35に記載の化粧品組成物。

【請求項42】 全ての成分が組成物の全重量をベースとする重量パーセントで表される以下の成分:

油相(50~70%)

シロキサンーベースのポリアミド 0.5~8.0%

シリコーン流体20~60%

(単数または複数種類の) 化粧品添加物及び/または溶媒0~20%

界面活性剤 0~10%

芳香剤 0~3%

極性相(50~30%)

水(及び/または水と相溶性の溶媒) 5~40%

発汗抑制活性剤 10~25%

界面活性剤 0~5%

で製造される、請求項35に記載の化粧品組成物。

【請求項43】 以下の成分:

油相(50~70%)

シロキサンーベースのポリアミド2~6%

シリコーン流体35~45%

(単数または複数種類の) 化粧品添加物及び/または溶媒7~15%

界面活性剤 3~7%

芳香剤 1~2%

極性相(50~30%)

水(及び/または水と相溶性の溶媒)15~25%

発汗抑制活性剤 15~25%

界面活性剤 1~2%

で製造される、請求項42に記載の化粧品組成物。

【請求項44】 成分が組成物の全重量をベースとする重量パーセントで表される以下の成分:

油相

シロキサンーベースのポリアミドゲル化剤6~20%

シリコーン流体10~90%

化粧品添加物及び/または溶媒0~40%

芳香剤、着色剤 十分量

極性相

水及び/または水と相溶性の溶媒10~40%

発汗抑制活性剤 5~30%

界面活性剤 0~10%

全量 1 0 0

で製造される、請求項35に記載の化粧品組成物。

【請求項45】 以下の成分:

油相

シロキサンーベースのポリアミドゲル化剤10~15%

シリコーン流体20~50%

化粧品添加物及び/または溶媒5~21%

芳香剤、着色剤 十分量

極性相

水及び/または水と相溶性の溶媒15~25%

発汗抑制活性剤 15~25%

界面活性剤 0.5~3%

全体 100

で製造される、請求項44に記載の化粧品組成物。

【請求項46】 式:

【化8】

[式中、X は線状または分岐 $C_1 \sim C_{30}$ アルキレン鎖であり;Y は線状または分岐 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン鎖であり;D P は $15 \sim 500$ の値を有する整数であり;n は $1 \sim 500$ の値を有する整数であり;

但し、Yは、別の繰り返し単位に結合するために

【化9】



を表していても良く、この場合、R'、R"及びR",は線状または分岐 $C_1 \sim C_{10}$ アルキルまたはアルキレン基であり; $T \equiv CH$ 、N、PまたはAlである]で表される少なくとも1つの繰り返し単位を含むシリコーンポリアミドの製造法であって、

シリコーン二酸、ジエステル、二一酸無水物または二酸クロリドを含有する均質 反応混合物と、有機ポリアミンとを100℃以上の温度に加熱し、前記反応混合 物から水を除去し、その後、前記反応混合物からシリコーンポリアミドを回収し 単離することを含み、

前記シリコーン二酸は、式:Y'(CH_2) $_n$ · SiR_2O (R_2SiO) $_nR_2Si$ (CH_2) $_n$ ·Y'(但し、Rはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、フェニル、及び $1\sim3$ 個のメチルまたはエチル基により置換されたフェニル基からなる群から独立して選択され;Y'は、 $-CO_2H$ であり;n'は $1\sim30$ の値を有する整数であり;及びmは $15\sim500$ の値を有する整数である)の有機珪素ポリマーである、該製造法。

【請求項47】 前記有機ジアミンが、式: $X-R^1-X$ (式中、Xは $-NH_2$ であり; R^1 は $1\sim 4$ 0個の炭素原子を有するアルキレン鎖であるか、 $C_1\sim C_4$ アルキル基、フェニル、ヒドロキシル、カルボキシルまたはアミノ基で置換された $1\sim 4$ 0個の炭素原子を有するアルキル鎖である)を有する、請求項46に記載の方法。

【請求項48】 前記有機ポリアミンが、ヘキサメチレンジアミン、エチレンジアミン、ピペリジン、フェニレンジアミン、デカメチレンジアミン、キシレンジアミン、及びポリエチレングリコールジアミンからなる群から選択される、請求項47に記載の方法。

【請求項49】 前記シリコーン二酸が、ヒドリドー末端化ポリジメチルシロキサンと酸保護基を含有する不飽和カルボン酸とを反応させ;酸保護基を含有するヒドロシリル化中間体生成物を形成し;ヒドロシリル化生成物から酸保護基を除去して脱保護化シリコーン二酸を形成することを含む方法により製造される、請求項46に記載の方法。

【請求項50】 前記酸保護基が、不飽和カルボン酸とシラザンとを反応させることにより得られたトリメチルシリル基 (CH₃)₃Si-である、請求項49に記載の方法。

【請求項51】 ポリジメチルシロキサンを標準として使用するゲル透過クロマトグラフィーにより測定した際に、4,000~200,000ダルトンの数平均分子量を有する請求項46に記載の方法により製造したシリコーンポリアミド。

【請求項52】 ポリジメチルシロキサンを標準としてゲル透過クロマトグラ

フィーにより測定した際に、5,000~50,000ダルトンの数平均分子量を有する請求項51に記載の方法により製造したシリコーンポリアミド。

【請求項53】 式:

【化10】

(式中、X は線状または分岐 $C_1 \sim C_3$ 。アルキレン鎖であり;Y は線状または分岐 $C_1 \sim C_2$ 。アルキレン鎖であり;DP は $15 \sim 500$ の値を有する整数であり;n は $1 \sim 500$ の値を有する整数であり;

但し、Yは、別の繰り返し単位に結合するために

【化11】



を表していても良く、この場合、R'、R"及びR",は線状または分岐 $C_1 \sim C_{10}$ アルキルまたはアルキレン基であり; $T \equiv CH$ 、N、PまたはAlである]で表される少なくとも1つの繰り返し単位を有する、シリコーンポリアミドを含む組成物。

【請求項54】 前記シリコーンポリアミドが、ポリジメチルシロキサンを標準としてガス透過クロマトグラフィーにより測定した際に4,000~200,000パトンの数平均分子量を有する、請求項53に記載の組成物。

【請求項55】 前記シリコーンポリアミドが、ポリジメチルシロキサンを標準としてガス透過クロマトグラフィーにより測定した際に5,000~50,00%ルトンの数平均分子量を有する、請求項54に記載の組成物。

【請求項56】 シクロメチコーン類、ジメチコーン類及びフェニルトリメチコーン類からなる群から選択されるシリコーン流体を包含する、請求項53に記

載の組成物。

【請求項57】 前記シリコーンポリアミドの繰り返し単位が、式:

【化12】

$$\begin{bmatrix} O & \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ C-X \end{bmatrix} & CH_3 & O \\ I \\ Si-O \\ Si-X-C-N-Y-N \\ CH_3 & CH_3 \\ DP1 & H \end{bmatrix} \begin{bmatrix} O & \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ C-X \end{bmatrix} & CH_3 & O \\ I \\ C-X & Si-O \\ CH_3 & Si-X-C-N-Z-N \\ CH_3 & DP2 & H \end{bmatrix} \begin{bmatrix} O & CH_3 \\ I \\ C-X & Si-O \\ CH_3 & CH_3 \\ DP2 & H \end{bmatrix} \begin{bmatrix} O & CH_3 \\ I \\ I \\ I \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ CH_3 \\ I \\ CH_3 \\ I \\ CH_3 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} O & CH_3 \\ I \\ I \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \\ I \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \end{bmatrix}$$

または、式:

【化13】

$$\begin{bmatrix} O & \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \end{bmatrix} & CH_3 & O \\ SI - X - C - N - Y - N \\ CH_3 & DP1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} O & \begin{bmatrix} CH_3 \\ I \end{bmatrix} & CH_3 & O \\ II & C - X - SI - O - SI - X - C - N - Z - N \\ CH_3 & DP2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 & O \\ II & CH_3 & CH_3 & O \\ CH_3 & DP2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} CH_3 & O \\ II & CH_3 & CH_3 & CH_3 & O \\ II & CH_3 & CH_3 & CH_3 & O \\ II & CH_3 & CH_3 & CH_3 & O \\ II & CH_3 & CH_3 & CH_3 & CH_3 & O \\ II & CH_3 &$$

[式中、X は線状または分岐 $C_1 \sim C_{30}$ アルキレン鎖であり;Y、 Y^1 及び Y^2 は線状または分岐 $C_1 \sim C_{20}$ アルキレン鎖であり;DP1、DP2及びDP3はそれぞれ $15 \sim 500$ の値を有する整数であり;n、m及びpはそれぞれ $1 \sim 500$ 0の値を有する整数であり;Zは、式:

【化14】



(但し、R'、R"及びR", は線状または分岐 $C_1 \sim C_{10}$ アルキルまたはアルキレン基であり; $T \equiv CH$ 、N、PまたはAIであり;但しnはmと同一ではないか、またはYはY¹と同一ではないか、またはDP1はDP2と同一ではないりにより表される]により表される、請求項53に記載の組成物。

【発明の詳細な説明】

[0001]

発明の背景

本発明は、新規ポリアミドゲル化剤、かかる薬剤の製造法及びその薬剤から製造した化粧品に関する。

[0002]

多くの文献で化合物の一種としてのポリアミド類が開示されてきたが、シロキサン部分を含有する特定の群のポリアミド類は新規であり、優れた化粧品、特に、発汗抑制剤及びデオドラント化粧品の製造に有用であることが知見されている。

[0003]

化粧品組成物 [例えば、固体化粧品組成物、例えば、ゲル、軟質-固体若しくは半-固体 (クリーム) またはスティック] は、ゲル化剤としてシロキサンーベースのポリアミド類を使用して増粘した少なくとも1種のシリコーン流体 (例えば、シリコーン油などのシリコーン液体);化粧品的に活性な物質が取り込まれるキャリヤ;及びそのような化粧品組成物の活性を提供するための少なくとも1種の活性成分を含むベース組成物から構成される。本発明の特定の態様としては、化粧品的に活性な成分がデオドラント活性物質及び/または発汗抑制剤活性物質である、デオドラント及び発汗抑制組成物(並びにそのためのベース組成物)が挙げられる。しかしながら本発明の態様は、かかる発汗抑制剤及び/またはデオドラント組成物に限定されず、活性物質として日射しよけ(サンスクリーン)剤を含む日焼け防止組成物などの他の化粧品的に活性な成分を含有する他の化粧品組成物にも関するものとする。

[0004]

配合した化粧品の好ましい態様は、固体の透明(クリアー)組成物、特にスティックまたはゲルである透明(クリアー)デオドラント及び/または発汗抑制剤組成物を含む透明(クリアー)化粧品組成物に関する。記載のポリアミド類で製造した化粧品組成物の選択された態様はクリアーまたは透明であるのが好ましいが、本発明の化粧品組成物はクリアーまたは透明である必要はなく、半透明また

は不透明であってもよい。

[0005]

本明細書中に記載され本発明でゲル化剤として使用する化合物は、選択されたシロキサンーベースのポリアミド類及びその混合物である。シロキサンーベースのポリアミド類で製造した組成物は、優れた適用及び化粧品特性(低い粘着性及び他着性)を備えているのが好ましく、優れた透明性及び/または低い残留物特性を備えているのがより好ましい。

[0006]

発汗抑制剤は当業界で公知である。発汗抑制剤は、スティック、ゲル、ロールーオン、エーロゾル及びクリームなどの種々の薬用形で市販されてきた。通常、これらの薬用形としては、活性成分の溶媒中の溶液、活性成分の非一溶媒中の懸濁液または、活性成分の溶液が続相中に分散されているか、可溶化活性成分が連続相を構成する多ー相分散液若しくはエマルションが挙げられる。

[0007]

上記参照の薬用形の中でも、ロールーオン形は液体形組成物の一例であり、スティック形は固体形組成物の一例であり、及び(例えば、ゲルが流れるような条件下では)ゲル形は固体でも固体でなくても良い増粘形である。スティック中では、配合した製品は包装から取り出しても長期間その形状を維持することができる(溶媒蒸発により幾らか収縮する)のに対し、ゲルはその形状を維持できないという点で、スティック形はゲルと区別することができる。ゲル化剤または増粘剤(例えば、ベントン、ヒュームドシリカ、ポリエチレン、ステアリルアルコールまたはカスター蝋)の調整量をゲルまたはスティックを形成するのに使用することができる。

[0008]

スティックの外観を有するが、パッケージの上面のアパーチャ(例えば、溝または孔)を通して配分する容器に(軟質-固体または半-固体としても知られる)ゲル、ペースト及びクリームを好適に包装することができる。これらの製品はソフトスティックまたは「スムースーオン」と呼ばれている。これらの製品を以後、一般的に「ゲル」と呼ぶこととする。Kasatに付与された米国特許第5

, 102,656号、Orrに付与された同第5,069,897号、及びShinに付与された同第4,937,069号を参照されたい。これらの特許はそれぞれ、粘度及び硬度などのその物理的特徴を含むそのようなゲルについて開示する。これらの3つの特許のそれぞれの内容は、本明細書中、参照としてその全体を含むものとする。

[0009]

アパーチャを通して分配することができる代表的な組成物がKasatに付与された米国特許第5,102,656号に開示されている。この特許に開示された組成物は、キャリヤとして組成物の全重量の30%~70%の揮発性シリコーン、7~30%の好適な単数または複数種類のゲル化剤、及び約12~30%の生理学的に許容可能な発汗抑制剤を含有する、クリーミーで均質の無水発汗抑制剤である。ゲル化剤は、例えば、水素化植物油、水素化カスター油、14~36個の炭素原子を含有する脂肪酸、蜜蝋、パラフィン蝋、14~24個の炭素原子を含有する脂肪アルコール、ポリエチレングリコールなどの種々の物質のいずれであってもよいとこの特許は開示している。

[0010]

近年、クリアーまたは半透明発汗抑制剤スティック及びゲルの開発研究が活発に行われている。ジベンジリデンモノソルビトールアセタールでゲル化した、活性発汗抑制物質の多価アルコールビヒクル中の溶液から本質的になるクリアーまたは半透明スティックが開示されてきた。このゲル化剤は酸性環境では本質的に不安定であり、慣用の活性発汗抑制物質は酸性であるため、アセタールゲル化剤への酸の攻撃を防止し、酸の攻撃を遅延化させるために好適な安定化剤または緩衝剤を開発するのには大変な苦労があった。それでもこれらの研究は全くうまくいっているわけではない。アセタールゲル化剤を含み、可溶化活性発汗抑制物質を含むこれらのクリアーまたは半透明発汗抑制剤スティックには、本質的に粘着性であるという欠点もある。かくして、アセタールゲル化剤を含有するこれらのクリアーまたは半透明発汗抑制剤スティックに関する開発研究では、これらの薬用形に好適な粘着防止剤の発見に注力されてきた。しかしながら、ゲル化剤の酸加水分解は水溶液中ではより早く起きるため、配合業者らは配合物中に水を使用

しないようにしてきた。これでは、化学的に安定で、光学的にクリアーで、粘着性が低く、残留物が少なく、許容可能な適用審美性を同時に兼備する化粧品的に優雅な配合物を開発するための配合業者らの技量をひどく制限してしまうことになる。

[0011]

粘稠で高度な不連続相エマルションからなる(スティックの外観を有する容器から分配した)クリアーまたは半透明発汗抑制剤ゲルが市販されてきた。これらのゲルは、配合成分の選択がそれほど制限されていない(例えば、水を使用することができる)こと、及び粘着性を大きく減少させることができるという点で上記のアセタールーベースのクリアースティックよりもいくつか好都合な点を示す。しかしこれらのエマルションも、上記の審美性を得るためにエタノールを使用しなければならないことが多いなどの種々の欠点がある。これらのエマルションに関しては、Soldatiに付与された米国特許第4,673,570号及びPCT(国際出願)国際公開策を92/055767号を参照されたい。

[0012]

Wellsらに付与された米国特許第5,120,531号は、スタイリングポリマー及び溶媒にゲルー網状構造で増粘させたビヒクルを提供するリンスーオフ ヘアーコンディショナー及びスタイリング組成物を開示する。この特許は、珪素に結合した第4級アンモニウムー置換基を有するポリジオルガノシロキサン類とアミノー置換炭化水素基であるシリコーンー結合置換基を有するポリジオルガノシロキサン類とを含むコンディショニング剤としての種々のシロキサン類を開示する。

[0013]

本明細書中、その全体を参照として含む米国特許第5,500,209号は、活性デオドラント及び/または発汗抑制剤成分、ポリアミドゲル化剤及びポリアミドゲル化剤用の溶媒を含み、クリアーまたは半透明であってもよいゲルまたはスティックを開示する。この特許は、ポリアミドゲル化剤が高温で化粧品的に許容可能な溶媒に可溶性であり、冷却すると固化(ゲル化)すると開示し;種々のアルコール類(種々のグリコール類など)などを許容可能な溶媒として開示して

いる。上記特許に開示されているポリアミドー含有スティックまたはゲルは組成物の安定性(特に、酸性発汗抑制活性物質の存在下でクリアーまたは半透明ゲルまたはスティック組成物を提供するの)に関して望ましい特性を持っているが、このような配合では皮膚に塗布したときもその後も粘着性及び他着性となってしまうことがある。

[0014]

本明細書中、その全体が参照として含まれる1995年4月21日出願の米国特許出願第08/426,672号は、ポリアミドゲル化剤を使用する化粧品組成物の粘着性及び他着性に注目して、発汗抑制剤活性物質とポリアミドゲル化剤とを含む固体組成物用に特定の溶媒形を使用することについて開示している。この溶媒形はグリコールを含まず、非ーイオン性界面活性剤と極性溶媒とを含有する。水は極性溶媒であり、非ーイオン性界面活性剤と共に発汗抑制剤活性物質に関しては分散媒体として作用し、充分量の水を使用して発汗抑制活性剤物質のクリアーまたは半透明溶液/エマルションを与える。

[0015]

例えば、発汗抑制剤配合物などの粘着性を低下させる典型的な方法としては、シクロメチコーン(テトラー、ペンターまたはヘキサシクロジメチルーシロキサン類またはその混合物)を配合することがある。このシクロメチコーンは、優れた潤滑性をもち、皮膚及び/または衣服にシミを残さない非常に低一粘度の液体である。例えば、蝋固化剤を使用する固体スティック発汗抑制剤配合物中には50重量%以上のシクロメチコーンが配合されてきた。しかしながら、シクロメチコーンは、米国特許第5,500,209号にゲル化剤として記載されている二量体ベースのポリアミド類に対しては非溶媒である。さらにゲル化組成物の透明性を損なわずに、そのようなポリアミドゲル化剤を使用してゲル化させた固体組成物中には、ほんの少量のシクロメチコーンしか配合することができない。この点以上になると、ポリアミドの過度な結晶化またはシクロメチコーンの混合物中での非相溶性により、ゲル化組成物は曇ってくる。

[0016]

Choiらに付与された米国特許第5.243.010号は、ペンダントシリ

ル基を有する芳香族ポリアミド樹脂を開示する。

Lucarelliらに付与された米国特許第5,272,241号は、パーソナルケア及びプラスチック業界のいずれにおいても有用な、アミノ酸官能基化シリコーン類である有機官能性シロキサン類を開示する。

[0017]

The Mennen Companyに譲渡された1997年1月24日出願の米国特許出願第08/790, 351号は、化粧品組成物用のゲル化剤として通常、ポリアミド類を使用することを開示する。

[0018]

上記に拘わらず、ベース組成物をポリアミド類で製造する際に、高い透明性を有する化粧品を製造できる、優れたシロキサンーベースのポリアミドゲル化剤及びそれから製造した化粧品組成物に対する需要が未だに存在する。さらに、組成物中に含まれる増粘剤の量に依存して、クリームからスティックまで色々な堅さの製品に製造できる、ゲル化剤を使用して増粘させた透明でクリアーなそのようなベース組成物を提供するのが望ましい。

[0019]

かくして、本発明の目的は、例えば、発汗抑制剤及び/またはデオドラントなどの化粧品組成物を形成するために化粧品的に活性な物質を配合したベース組成物であって、選択したシロキサンーベースのポリアミドゲル化剤を使用して増粘させた該ベース組成物を提供することである。

[0020]

本発明の別の目的は、透明性などの優れた審美性を示すことができ、好ましく は塗布したとき、そして乾燥後も目立つ(白い)残留物を残さないベース組成物 を提供することである。

[0021]

本発明の全体の目的は、化粧品組成物を増粘させるためにゲル化剤として使用 し得、揮発性及び/または非-揮発性シリコーン液体と相溶性であるシロキサン ーベースのポリアミドポリマーを提供することである。

[0022]

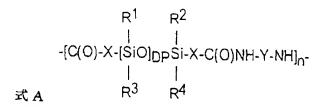
本発明の目的は、このベース組成物と化粧品的に活性な物質とを含む化粧品組成物及びこの化粧品組成物の使用法を提供することも含む。

発明の概要

上記目的は、新規シロキサンーベースのポリアミド類を形成し、化粧品組成物 (例えば、デオドラント化粧品及び発汗抑制剤)を配合するためのゲル化剤として該ポリアミド類を使用することを含む本発明によって達成される。本明細書中に記載の選択されたポリアミド類は、化粧品組成物を形成するために使用する際に優れた性能を示す。本発明のポリアミド類は、以下の式A:

[0023]

【化15】



[0024]

[式中、(1) DPは1~700、好ましくは15~500、より好ましくは15~4~5からなる群から選択され; DPはポリマー中のシロキサン単位の平均重合度を表し、その前後のDP値も表示のDP値に集中し;

- (2) nは $1 \sim 5$ 00、特に $1 \sim 1$ 00、特に $4 \sim 2$ 5からなる群から選択される数であり;
- (3) Xは $1 \sim 30$ 個、特に $3 \sim 10$ 個、さらに10個の炭素原子を有する線状または分岐鎖アルキレンであり:
- (4) Yは1~40個、特に1~20個、さらに2~6個、特に6個の炭素を有する線状または分岐鎖アルキレン類からなる群から選択され;但し
- (a) アルキレン基は場合によりさらに(i) $1 \sim 3$ 個のアミド結合;(ii) C 5 またはC 6 シクロアルカン;及び(iii) $C 1 \sim C 3$ アルキルからなる群から独立して選択される $1 \sim 3$ 個の部材により場合により置換されたフェニレンの少なくとも 1 つをアルキレン部分に含有しても良く;及び
- (b) アルキレン基それ自体は場合により、(i)ヒドロキシ;(ii)C3~C8シ

クロアルカン; (iii) $C1 \sim C3$ アルキルからなる群から独立して選択される $1 \sim 3$ 個の部材; $C1 \sim C3$ アルキルからなる群から独立して選択される $1 \sim 3$ 個の部材により場合により置換されたフェニル; 及び(iv) $C1 \sim C3$ アルキルヒドロキシ; 及び(v) $C1 \sim C6$ アルキルアミンからなる群から選択される少なくとも 1 個の部材により置換されていてもよく、または

Y=Z、但し、Z=T(R^{20})(R^{21})(R^{22})であり、 R^{20} 、 R^{21} 及び R^{22} は それぞれ、線状及び分岐C1~C10Tルキレン類からなる群から独立して選択され、TはCR(但し、Rは水素及び、 R^{1} ~ R^{4} に関して定義された群からなる基である)並びにN、P及びA1 から選択される三価の原子からなる群から選択され;

[0025]

シロキサン基なる用語は、シロキサン単位:

[0026]

【化16】

[0027]

(式中、R³⁰及びR³¹はそれぞれ、有機部分からなる群から独立して選択され、R³⁰及びR³¹はそれぞれ炭素-珪素結合により珪素に結合している)を有する基を意味するものとする。

[0028]

アルキレン鎖の中の炭素数には、余分のセグメントまたは置換基中の炭素を含まないものとする。また、ポリアミド類は主鎖中にシロキサン部分を含まねばならず、場合によりペンダントまたは分岐部分にシロキサン部分を有していても良い。

[0029]

定義した変数を変更することなく繰り返した場合には、式Aは線状ホモポリマーの代表例である。本発明の許容可能な変形には、(1)一つのポリマー分子中でDP、X、Y及び R^1 $\sim R^4$ の値が多種多様であり、これらの単位の配列が交互、ランダムまたはブロックであってもよいポリアミド類;(2)有機トリアミンまたは高級アミン [例えば、トリス(2-アミノエチル)アミン] が有機ジアミンを一部置換し、分岐または架橋分子を作っているポリアミド類;及び(3)(1)及び(2)及び/または線状ホモポリマーの任意の物理的ブレンドを含むものとする。

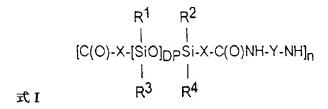
発明の詳細な説明

式Aの化合物の特定例としては、以下のものが挙げられる。

1) 式 I のポリアミド類:

[0030]

【化17】



[0031]

但し、X、Y、n、 R^1 ~ R^4 及びD P に関する値は式A の定義通りである。式 I の特定のサブグループは、 R^1 、 R^2 、 R^3 及び R^4 のそれぞれがメチルであるような化合物である。式 I の好ましいポリアミド類は、

[0032]

【化18】

[0033]

(式中、DPは15~500、特に15~45から選択され、特に29である) である。

2) 式IIに示されるような複数種類のシロキサンブロック長を含有するポリアミド類:

[0034]

【化19】

[0035]

但し、X、Y、n及び R^1 ~ R^4 は、式Aに関して記載したとおりである。mはnに関して定義したものと同一群から選択され;n及びmはカッコ内に含まれる単位の総数を表し、個々の単位は規則的、交互またはランダム配列であり; R^5 ~ R^8 は R^1 ~ R^4 に関して定義したものと同一群から選択され;DP1及びDP2 は同一でも異なっていても良く、それぞれDPに関して定義したものと同一群から独立して選択され;n及びmと付けられた単位はブロック(規則正しい配列)またはランダムコポリマーのいずれかを形成するように組立てられていてもよい。式II の化合物に関する特定のサブグループは、全てのR基がメチルと選択されるようなものである。式II の化合物の別の特定のサブグループは、DP1 = DP2である。第3の特定のサブグループは、全てのR基がメチルと選択され、DP1 = DP2であるようなものである。

3) 式IIIに示されるような複数種類のジアミン類から合成されたポリアミド類:

[0036]

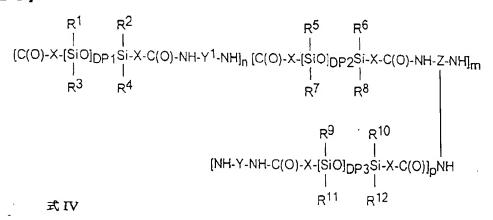
【化20】

[0037]

4) 式IVに示されるような三官能性アミンで合成したポリアミド類:

[0038]

【化21】



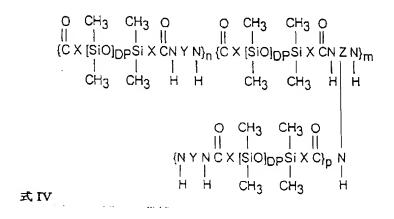
[0039]

[0040]

式IVの化合物の特定の群は、

[0041]

【化22】



[0042]

[但し、 $X = -(CH_2)_{10} - X = -(CH_2)_{-}; DP = 15 \sim 45; m = m + n + p の 5 \sim 20\%; 及び<math>Z = (-CH_2CH_2)_{3}N$ である] である。

通常、本発明のシロキサンーベースのポリアミド類は、(1)シリコーン流体

(揮発性及び/または非ー揮発性シリコーン流体)を含有する組成物を増粘する ためにシロキサン基及びアミド基のいずれをも含有し; (2)室温で非ー流動性 固体であり;及び(3)25~160℃の温度でシリコーンを含む流体中に溶解 し、この範囲の温度で半透明またはクリアー溶液を形成する。

[0043]

シロキサンーベースのポリアミド類の中のシロキサン単位に関しては、シロキサン単位は主鎖または幹中になければならないが、場合により分岐鎖またはペンダント基中にあっても良い。主鎖中では、シロキサン単位は上記のようなセグメントにある。分岐またはペンダント鎖中では、シロキサン単位は1個ずつであってもまたはセグメントであってもよい。

[0044]

シロキサンーベースのポリアミド類の特定群としては、

- (a) 式 I のポリアミド類、但し、D P は 15~50 である;
- (b) 2種以上のポリアミド類の物理的なブレンド、但し、少なくとも1種のポリアミドは15~50の範囲のDP値を有し、少なくとも1種のポリアミドは30~500の範囲のDP値を有する;
- (c)式IIの化合物、但し、(1) DP1の値= $15\sim50$ であり、DP2の値= $30\sim500$ であり、(2) DP1を有するポリアミド部分は全ポリアミド 含量の約 $1\sim99$ 重量%であり、DP2を有するポリアミド部分は約 $1\sim99$ 重量%である;
- (d) (1) $80\sim99$ 重量%のポリアミド(但し、 $n=2\sim10$ であり、特に $n=3\sim6$ である) と (2) $1\sim20$ 重量%のポリアミド(但し、 $n=5\sim50$ 0であり、特に $n=6\sim100$ である) とを混合することにより製造した式 Iのポリアミドの物理的ブレンド;
- (e) 式 I I I のポリアミド類、但し、Y及びY¹の少なくとも一方は少なくと も 1 個のヒドロキシル置換を含む;
- (f) 二酸の代わりに活性化二-酸(二酸クロリド、二酸無水物またはジエステル) の少なくとも一部で合成した式Aのポリアミド類;
- (g) 式 A のポリアミド類、但し、 X = (C H₂) ューである;

- (h) 式Aのポリアミド類、但し、 $X = -(CH_2)_{10}$ である;
- (i)式Aのポリアミド類、但し、ポリアミドは一官能性アミン類、一官能性酸、一官能性アルコール類(脂肪酸、脂肪アルコール及び脂肪アミン類、例えば、オクチルアミン、オクタノール、ステアリン酸及びステアリルアルコールを含む)からなる群から選択される一官能性連鎖停止剤で製造する;が挙げられる。

[0045]

通常、式Aのポリアミド類は、二酸をジアミンと反応させ、水を除去する縮合 反応により製造することができる。この場合、二酸はシロキサン基を含む。例え ば、カルボキシデシルー末端基化ポリジメチルシロキサンを二酸として使用する ことができる。他の有機二酸、ジアミン及び一官能性薬剤を二酸及びジアミンと 組み合わせて使用して特性を改質することができる。二酸の代わりに、二酸クロ リド、二酸無水物及びジエステル類を使用することができる。一つの方法として は、ほぼ等モル量のジアミンと二酸とを使用することが挙げられる。

[0046]

式Iのポリアミド類を製造する好ましい反応スキームとしては、以下のような 有機ジアミンとシロキサン二酸との縮合が挙げられる。

- (1) ジメチルヒドリド末端ブロック化ポリジメチルシロキサンは、所望のDP 値を得るために適当な数のシロキサン単位を含むようにして製造する。
- (2) ヘキサメチレンジシラザンとの反応の間、ウンデシレン酸のカルボン酸基を保護する。
- (3) ジメチルヒドリド末端ブロック化ポリジメチルシロキサン及び保護化ウンデシレン酸 [段階(1)と(2)の生成物]を反応させてシロキサン二酸(カルボキシデシル末端基化ポリジメチルシロキサン)を製造する。この反応は、例えば、クロロ白金酸などの白金触媒の存在下で実施し、生成物をメタノール洗浄してトリメチルシリル保護基を除去する。
- (4)シロキサン二酸 [段階(3)の生成物]を有機ジアミンと反応させてシロキサンーベースのポリアミドを製造する。この反応は、反応溶媒(例えば、トルエンまたはキシレン)を使用しても良い。

[0047]

最も望ましいポリマーは、DP=1~500、特に15~45のシロキサン二酸と有機多官能性アミンとの反応から形成する。3,000~200,000の範囲、特に5,000~50,000の範囲の分子量を有するポリマーを製造することができる。分子のシロキサン部分の長さ(DP)を最適化するには、色々な考察を比較検討する。長いシロキサン鎖(例えば、DP>50)を有するポリアミド類はシクロメチコーン中でソフトゲルを生成する傾向がある。ゲル化剤の効力はシロキサン単位の長さを短くする(即ち、DP<50の分子を選択し製造する)と改善されるが、シクロメチコーンとの相溶性はDPの長さが短くなるにつれて低下する。例えば、DP=15のシロキサン二酸とヘキサメチレンジアミンから合成したポリアミドはシクロメチコーン中でクリアーゲルを生成しない。しかしながら、有機エモリエント(緩和剤)(例えば、PPG-3ミリスチルエーテルまたはイソセチルアルコール)を種々のレベルでシリコーン流体と混合すると、透明ゲルを得ることができる。結果として、得られた化粧品組成物のための配合がシリコーン流体との相溶性と良好なゲル化効力とを兼備するように、DP=30のポリマーが好ましい。

[0048]

好ましい有機アミン類としては、(1)線状アルキルジアミン類(例えば、ヘキサメチレンジアミン、エチレンジアミン及びその混合物);(2)フェニレンジアミン;及び(3)他のアミン類(例えば、ピペリジン、デカメチレン、キシレンジアミン及びポリエチレングリコールジアミン)が挙げられる。

[0049]

本発明の方法は、以下のことによりうまく変形することができる。

- (a) 個々のシロキサン部分の長さ(シロキサン二酸のDP)を変える。但し、 DP値が高いとシロキサン流体とポリマーとの相溶性が良くなるが、ゲル化能力 を低下させてしまい、より柔らかいゲルになることに留意する。
- (b) 分子量の選択範囲(例えば、より高い分子量)を増進させるために反応条件を最適化する。高分子量ポリマーは機械的特性の優れたゲルを与える;そのように高い分子量分布は、試薬の不純物を最小化し、反応時間及び温度を最適化す

ることによって得ることができる。不純物の除去方法の例としては、カルボキシ シリコーン中などの一官能性不純物を除去することが挙げられる。

- (c) 生成したゲルの硬度を変えるために使用するジアミン類を変える。置換ジアミン類 (例えば、トリメチルヘキシレンジアミン) は、類似の非置換ジアミン類 (例えば、ヘキサメチレンジアミン) をベースとするポリマーよりもゲル化効果の低いポリマーを生成する。立体障害のあるジアミン類はポリマーの分子間結合を妨げるように作用するため、より柔らかいゲルが得られるものと考えられている。
- (d) 反応溶媒として使用するのにトルエンまたはキシレン以外の溶媒を選択する。溶媒は、その沸点、水と共沸化合物を形成する能力及び、その安全プロフィールをベースとして選択すべきである。最適の溶媒であると、反応容器から水を除去し易く、より高い分子量の生成物が得られる。或いは、ゲル系を現場で直接生成するためにシクロメチコーンを反応溶媒として使用することができる。
- (e) 効率を高めるために、シロキサン二酸(シリコーン二酸とも呼ばれる)試薬を類似の活性化種(例えば、エチルジエステル、二酸クロリドまたは二酸無水物)で置き換える。
- (f) 分岐または架橋ポリアミドを生成するために、有機ジアミンを一部、有機 トリアミンまたは高級アミンで置き換える。

[0050]

この一般的な反応スキームの特定例では、ウンデシレン酸(10-ウンデカン酸、CAS#112-38-9)及びウンデシレン酸上の保護基としてジ(トリメチルシリル)アミンを使用する。

[0051]

全プロセスについて以下に特記する。第1段階は、酸触媒作用を利用するジメチルヒドリド末端ブロック化ポリジメチルシロキサンポリマーの製造を含む。ジヒドリドテトラメチルジシロキサン、ジメチルシクロシロキサン類及びトリフルオロメタンスルホン酸を一緒に混合し、80℃に加熱してジメチル水素末端ブロック化ポリジメチルシロキサンポリマー及びジメチルシクロシロキサン類を形成する平衡反応に進める。80℃で4時間重合した後、炭酸カルシウムまたは重炭

酸ナトリウムを使用して80℃で最低2時間シロキサンを中和する。一度中和したポリマーを濾過し、単離する(生成物A)。

[0052]

ウンデシレン酸のカルボン酸基をトリメチルシリル基により保護する。これはウンデシレン酸とヘキサメチルジシラザンとを反応させることによって得られる。ウンデシレン酸とトルエンをフラスコに添加し、ヘキサメチルジシラザンを添加漏斗に添加し、反応物質を撹拌しながら滴下添加する。ヘキサメチルジシラザンの添加が完了したら、反応容器の温度を110℃に上げ、混合物をそのまま4時間反応させる。次いでフラスコを5~20mm水銀圧力の範囲の真空下で150℃に加熱し、トルエンを除去する。トルエンを完全に除去したら、蒸留カラムを使用して保護化ウンデシレン酸を精製する。約150℃及び10mmHgで蒸留を実施する。塔頂生成物を単離する(生成物B)。

[0053]

任意の好適な白金またはロジウム触媒を使用するヒドロシリル化反応により、 生成物Aを生成物Bと反応させる。生成物Aを白金触媒の入ったフラスコに入れ 、反応物質を混合し、80℃に加熱する。好適な触媒の例に関しては、全組成物 に対して100万Pt金属当たり5~15部(ppm)となるような濃度で、塩 化白金とジビニルテトラメチルジシロキサンとの中和錯体の充分量(例えば、米 国特許第5.175.325号に記載)を使用することができる。生成物Bを添 加漏斗に入れ、発熱反応を制御するような速度で生成物Aに滴下添加する。発熱 反応が起きるため、生成物Bの添加の監視は重要である。生成物Bの添加が完了 したら、混合物をその温度でさらに1時間反応させる。次いで反応物を真空下(例えば、水銀圧力1~20mmの範囲)で150℃に加熱して、ジメチルシクロ シロキサン類と全ての未反応ウンデシレン酸を除去する。次いで混合物を60℃ 未満に冷却し、メタノールを添加して、ウンデシレン酸を脱保護する。この反応 により、カルボン酸末端ブロック化シロキサン及びトリメチルメトキシシランが 生成する。反応物質を60℃で少なくとも1時間反応させ、次いでフラスコを真 空下(例えば、水銀圧力 5 ~ 2 0 mm)で 1 5 0 ℃に加熱し、残存するメタノー ル及びトリメチルメトキシシランを除去する。次いでジカルボン酸官能性シロキ

サンを単離する(生成物C)。

[0054]

生成物Cをアミド化反応で、ヘキサメチレンジアミンと反応させる。生成物Cとトルエンをフラスコに入れ、放置して室温で混合する。ヘキサメチレンジアミンを生成物Cに添加し、フラスコ温度を150℃に上げる。フラスコにディーンスタークトラップをつけ、窒素パージで水除去を助け、アミド結合を形成させる。一度150℃になったら、反応物を放置して3~4時間進行させ;トルエン及び水をディーンスタークトラップから定期的に除去した。反応が完了した後、溶融させたままで生成物を反応容器から取り出す。冷却すると直ちにシリコーンポリアミドはクリアーで固い熱可塑性樹脂(生成物D)を形成する。

[0055]

式 I の化合物は、平均 D P 値が一種類のシロキサン二酸(または酸誘導体)を使用して製造することができる。

式 I I の化合物は、製造し、混合し、カルボキシレートに転化し、次いでランダム配列を有するポリアミドに転化した2種以上のジメチル水素末端ブロック化シロキサン類を使用して製造することができる。場合により、2種(以上)のジメチル水素末端ブロック化シロキサン類を順に添加してブロックコポリマーを形成することができる。

[0056]

式IIIの化合物は、特定のプロセスで記載したとおりに製造することができるが、ジアミン類を混合し、次いでシロキサン二酸(または酸誘導体)に添加してポリアミドを形成する。場合により、これらを順に添加して異なるブロックを形成することができる。

[0057]

式 I Vの化合物は、特定のプロセスで記載した通りに製造することができるが、ポリアミンをジアミンと混合し、次いで二酸(または上記の酸誘導体)に添加する。

[0058]

ポリジメチルシロキサンを標準としてゲル透過クロマトグラフィー(GPC)

で測定して4,000ダルトン以上の(数平均)分子量のポリアミドゲル化剤を使用すると最適のゲル化が起きることが知見された。非常に高い分子量(例えば、200,000ダルトン以上)のポリマーは、ゴム様の可塑性ゲルを生成する傾向があり、これはあまり好ましくなく、主ゲル化剤に最適の分子量は4,000~50,000ダルトン、特に5,000~50,000ダルトンでなければならない。しかしながら、そのような高分子量種でも少量、例えば、20,000~200,000の範囲の分子量を有する高分子量ポリアミドを0.5重量%配合すると、優れた機械的特性を有するベース組成物及びそれから製造した化粧品組成物を得ることができる。

[0059]

場合によりポリアミドゲル化剤も末端キャップ化することができる。末端キャップ化(e nd c a p p i ng)は、C 1 \sim C 2 0 脂肪族一価アルコール類、C 1 \sim C 2 0 脂肪族第 1 級アミン類、C 1 \sim C 2 0 脂肪酸クロリドから選択される 1 \sim 3 個の部材で場合により置換されたフェニル第 1 級アミン類からなる群から選択される試薬を使用して実施することができる。

[0060]

上述の如く、本発明のベース及び化粧品組成物で増粘剤として使用するシロキサンーベースのポリアミド類は、シロキサン単位及びアミド結合のいずれをも含む。シロキサン単位によりシリコーン流体(例えば、シクロメチコーン類)との相溶性が得られるが、アミド結合並びに、アミド結合の位置の間隔及び選択により化粧品のゲル化及び形成を促進する。不透明並びにクリアーな組成物を形成することができるが、形成した化粧品組成物がクリアーで、シリコーン流体中のシロキサンポリマーの溶液を冷却する際に残留物が残らないのが好ましい。

$[0\ 0\ 6\ 1\]$

(場合により他の溶媒及び/または他の化粧品添加剤を添加して)本発明のポリアミド類及び(揮発性及び非一揮発性シリコーン流体を含む)シリコーン流体から形成したベース組成物は、ゲル、ソフトゲル及びスティックなどの形態を製造するため並びに種々の活性成分を含有する化粧品を製造するための当業者に公

知の方法により混合し、加熱することにより製造することができる。

[0062]

本発明のベース組成物は、(1)少なくとも1種のシリコーン流体;(2)シリコーン流体に溶解性で、シリコーン流体中で溶液からゲルを形成し得る、主鎖にシロキサン部分を含有するシロキサンーベースのポリアミドゲル化剤;及び(3)場合により少なくとも1種の追加の溶媒(例えば、選択したシリコーン流体と相溶性のもの)を包含する。

[0063]

シリコーン流体なる用語は、化粧品組成物中で慣用的に使用される物質を指す。好適なシリコーン流体は、揮発性、非一揮発性またはその両方の混合物であってもよい。これらの例としては、ジメチコーン類として知られる線状シロキサン類、芳香族置換を含有する線状シロキサン類(例えば、フェニルトリメチコーン)及び、場合によりC1~C6アルキルまたはフェニルにより置換された環の中に4~6個のシロキサン単位を有する種々の環式シロキサン類、特に環式ジメチルシロキサン類(例えば、シクロメチコーン類)が挙げられる。そのようなシリコーン流体の混合物も使用することができる。好適な揮発性シリコーン類は、上記参照のKasatに付与された米国特許第5,102,656号に記載されている。化粧品組成物で使用するための他の公知のシリコーン流体の例としては、上記参照のOrrに付与された米国特許第4,853,214号に開示されており、本明細書中で使用するのに好適である。他の特定の例としては、線状揮発性シリコーン流体、例えば、化粧品組成物で慣用されているシリコーン流体が挙げられる。

[0064]

シリコーン油に可溶とは、ポリマーが少なくとも高温でしかしシリコーン油の 沸点未満でシリコーン油に溶解できることを意味する。

次いで、化粧用組成物を形成するために、基剤組成物を少なくとも1種の活性 成分(これはそれ自身基剤組成物に混合するために更なるビヒクルを必要とする ことができる)及び他の任意の成分、例えば芳香剤、皮膚軟化薬(特にシリコー ン混和性皮膚軟化薬)、着色剤、充填剤、抗菌剤(抗微生物剤)及びそのような 製品を配合するために当業者に既知の他の通常の成分と一緒にする。

[0065]

本発明に係る化粧用組成物は、少なくとも1種のシリコーン油及びシロキサン含有ポリマー並びに機能的効果を持たせるために十分な量で組成物中に混合される少なくとも1種の化粧用に活性な物質を含有する。そのような添加剤には、制限されないが、芳香剤、日焼け止め剤、抗発汗剤、脱臭剤及び抗菌剤(抗微生物剤)が含まれる。例えば、組成物が太陽から皮膚を保護するための組成物である場合、十分な量の日焼け止め剤が組成物中に与えられ、その結果組成物が皮膚に適用されると、皮膚は太陽の有害な作用から保護される(例えば、太陽からの紫外線から保護される)。

[0066]

本発明の組成物は、また多相系を有する明澄な抗発汗組成物を形成するために利用でき、そのような多相系は極性(例えば、水)相(抗発汗活性物質を含む)及び油相(シリコーン油及びシリコーンポリマーを含む)を有する。明澄な多相系を得るために、油相及び極性相の屈折率は、好ましくは当該技術分野で通常行われるように調和されるべきである。

[0067]

本発明に係る基剤組成物及び化粧用組成物は、既知の混合手順を用いることによる当業者に既知の方法により容易に製造できる。本発明に係る基剤組成物は、高温で種々の成分を混合し(即ち、種々の成分を加熱しそして混合することにより)そして例えば、ゲル又はスティックとしてゲル化した(固化した)組成物を形成するために冷却することにより製造できる。化粧用組成物に対して、追加の成分が当業者に既知のような製造プロセスにおける技術を用い及び時機において添加される。好ましくは、あらゆる揮発性成分(例えば、芳香剤)が、揮発性成分の揮発を制限するように、混合の比較的遅い段階で添加される。

[0068]

一般に、溶媒及び増粘剤 (例えば、ポリアミドゲル化剤) を混合し次いで増粘 剤が溶媒中に十分に溶解するように加熱する。活性成分 (例えばドライフォーム の又は溶液の一部としての、例えば抗発汗活性物質) は、増粘剤が完全に溶解し た後に添加することができ、次いで混合を行う。混合は、例えば冷却液で冷却しながら継続し次いで芳香剤を添加する。しかる後、得られた組成物(未だ液体である)を、キャニスター、例えば分配包装中に注入し次いで通常のスティック及びゲル組成物として固化する。

[0069]

本発明の実例となりそして非制限的な実施例は、次の通りである。シリコーンをベースとするポリアミドポリマーは、溶液を形成するために例えば、高温(例えば160℃まで)でシリコーン油中に溶解でき、次いでゲルを形成するために冷却を行う。溶液は、余りにも長く又は余りにも高温で加熱されないのが好ましい;何故なら、そのようなことは不都合にゲルを(無色よりもむしろ)着色させるかもしれないからである。化粧用活性剤は、シリコーン油及びポリマーゲル化剤の溶液に添加でき次いで製品中に均質に分散するようにそれと共に混合される

[0070]

例えば、シリコーン油及びシロキサン含有ポリマーは、ポリマーをシリコーン油中に溶解するように高温で混合でき、化粧用に活性な成分は、シリコーン油及びポリマーの混合物に添加される。混合物を冷却すると、ポリマーは、混合物からゲルを形成し、所望の製品を得る。水性相が含まれている場合、エマルションが結果物である。本発明の基剤組成物は、熱的に可逆性のゲルであり;即ちそれらは冷却されるとゲルを形成しそして加熱されると液化する。

[0071]

生成物が、スティック生成物であり場合、溶融生成物は、高温で、分配容器中に注入でき次いで冷却しそしてその中で固化する。生成物が、軟質固体又はクリームである場合、生成物は。当該技術分野で通常行われるように、多孔性の上面を有する通常の分配容器に中に包装できる。

[0072]

本発明に係る化粧用組成物が、スティック製品の形で存在するときに、組成物はスティックの端部を曝すように包装からスティックを持ち上げ、次いで皮膚の上にスティック材料(抗発汗活性剤のような化粧用に活性な物質を含む)を付着

させるために皮膚の上でスティックの端部をこすることにより適用できる。本発明に係る組成物が、孔のある上面を有する分配容器中に包装される、ゲル組成物の形態であるとき、ゲルは孔を通過して分配容器から押し出されそして容器の上面を経て押し出されたゲル物質を皮膚の上でこすることにより皮膚に適用される。かくして、抗発汗剤の場合は、皮膚上の活性物質は、身体の悪臭を減じ及び/又は例えば、体の脇の下の領域からの汗の流れを減少させるために利用できる。

[0073]

本発明のポリアミドは、クリーム(例えば、半固体又は軟質固体)、ゲル及びスティックを形成するためにシリコーン油を含有する組成物中の増粘剤として使用でき;かくして、両方の軟質(そして柔らかな)又は堅い(そして硬い)組成物が形成できる。製品の堅さは、用いられるゲル化剤(複数)の量に依存するであろう。

[0074]

明澄性及び透明性を変えた製品が、形成できる。もしも特定の化粧用組成物の全ての成分が、互いの可溶性であるならば、明澄な化粧用組成物が形成できて、単一相製品を形成する。もしも各々の相が個々に明澄でありそして各々の相の屈折率が調和するならば、明澄な化粧用組成物はまた、多相組成物、例えばエマルション又は懸濁液から製造できる。加えて、もしも内部相(複数)の液滴(粒子)の大きさが、十分に小さく、0.5ミクロン未満ならば、明澄な化粧用組成物は、多相組成物から製造できる。この例は、マイクロエマルション及び懸濁液中の非常に細かい粒子である。もしも前記の条件が適合していないならば、化粧用組成物は種々の程度の透明性及び不透明を示すであろう。

[0075]

活性成分を添加するために、機械的性質を改善するために、美観に関する性質を改善するために、明澄な製品を製造するために、製品に色を与える等のため、添加剤を加えることができる。かくして、化粧用組成物は、基剤組成物を1種又はそれ以上の追加の成分、活性成分、活性成分を基剤組成物とより容易に(又はより望ましい性質を有して)組み合わせるための1種又はそれ以上のビヒクル、及び芳香剤、皮膚軟化薬、抗菌性硬膜剤、強化剤、キレート化剤、着色剤、乳化

剤及び他の添加剤、例えばシリカ、シリカをベースとする樹脂、コーンスターチ、アルミナ、ヒュームドシリカ、炭酸カルシウム、粘土、タルク、高分子量ポリマー (例えば、シリコーンガム、エラストマー、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレン、ポリプロピレン及びポリテトラフルオロエチレン) を含む化粧用に許容できる製品を配合するために当業者により用いられる他の成分と組み合わせることにより製造できる。

[0076]

抗発汗エマルション又は懸濁配合物の場合には、外部ゲル化油相及び抗発汗活性剤を含有する内部相が存在する。外部ゲル化油相は、シリコーン油及びシロキサンをベースとするポリマミドゲル化剤、並びに抗発汗製品のための所望の添加剤、例えば皮膚軟化薬、界面活性剤、芳香剤などを含有する。

[0077]

懸濁液アプローチにおいて、抗発汗活性相は、固体粒子から成る。これらの粒子は、抗発汗塩粉末(例えばアルミニウムクロロヒドレート又はアルミニウムジルコニウムテトラクロロヒドレックスグリシン)でありそして0-75重量%の水分レベルを含有できる。より高い水分レベル(例えば、>50%水)で、ゲル促進剤(例えば、酢酸アンモニウム)が、これらの水性液滴に剛性を与えるために要求されることがある。

[0078]

エマルションアプローチにおいて、内部相は、溶解した抗発汗塩を含有する液体溶液から成り、そして典型的には溶媒、例えば水、ポリエチレングリコール、ジプロピレングリコール、エタノールなどを含む。

[0079]

マイクロエマルションは、また明澄な製品を達成するために使用できる。

本発明の1つの特定の面において、クリーム(軟質固体及び半固体を含む)、 ゲル及びスティックの形態で、高効率、魅力的外観(例えば、明澄又は少なくと も半透明)、及び好ましくは適用すると又は乾燥すると目に見える(白色の)残 留物を実質的に残さない脱臭薬及び/又は抗発汗組成物が、達成できる。

[0080]

基剤組成物において、ポリアミドゲル化剤は、0.5-80重量%、より特に1-30重量%そして最も特に2-20重量%の量で使用できる。ゲル化剤は、基剤組成物の50重量%を超えないことが好ましい。シリコーン油部分は、5-95重量%、より特に10-80重量%、更により特に20-80重量%の範囲内である。所望により、追加の溶媒、溶媒の混合物又は化粧用添加剤が、基剤組成物に添加できる。好適な追加の溶媒は、それら自身であるか、又は当初に選択されたシリコーン油に混和性の他の溶媒との混合物である溶媒(例えば、C14-C20脂肪アルコール、インプロピルミリステート、及びPPG-3ミリスチルエーテル)である。

[0081]

従って、ゲルに対して、化粧用組成物の全重量に対し0.5-8重量%、好ましくは2-6 重量%の添加レベルが使用できる。

スティックに対して、組成物の全重量に対して5-30重量%、とくに6-20重量%、より特に10-15重量%の範囲内のような高レベルのシリコーンをベースとするポリアミドが、用いられるであろう。

[0082]

シロキサンをベースとするポリアミドゲル化剤は、独自のゲル化剤として前記の1又はそれ以上のポリマミド(これらのポリマーの混合物)から成ることができるか、又は他の増粘剤(通常のゲル化剤を含む)と混合したポリアミドを含有できる。シロキサン単位は、相溶性をシリコーン油に与える。ポリアミド部分は、ゲルを形成するように架橋の目的で可逆的に利用される。

[0083]

本発明に係る組成物は、熱可逆性ゲルであり;即ち、ゲルは、シリコーン油中のポリマーの溶液を冷却することにより形成されるが、しかしゲルはゲルを加熱することにより破壊できる(液体に戻る)。

[0084]

本発明のゲルは、シリコーン油を含む。これらの液体は、揮発性又は不揮発性 でありそして実例として(そして限定する性質ものでない)、フェニルトリメチ コン、シクロメチオン及び/又はジメチコンであってよい。好ましくは、シリコ ーン油は、シクロメチコンを含む。用いられるシクロメチコン(即ち、シクロメチコンの環の大きさ)は、形成するゲルの硬さに影響を持つ。即ち、5個のシロキサン単位を有するシクロメチコンは、6個のシロキサン単位を有する物質を利用して製造されるものよりもより柔らかいゲルを製造する。シクロメチコンの環の大きさが増加するにつれて、ゲル系の剛性は増加する。前記のように、好ましいシクロメチコンの特定の例には、4-6個のシロキサン単位を有するものが含まれる。

[0085]

次いで、基剤組成物を、最終化粧用組成物が製造できるように他の箇所で述べた他の成分と混合する。そのような追加の成分は、0.1-85%、より特に0.1-75%そして、更により特に0.1-55%(ここで、%は全組成を100%とした重量基準である)の量で用いることができる。小さいほう%の範囲には、芳香剤又は抗発汗剤のみを用いる配合物が含まれ、そして大きいほう%の範囲には、活性な抗発汗成分を含有する配合物が含まれる。抗発汗活性剤それ自身(配合物に活性剤を添加するためのあらゆるビヒクルを排除した)は、最終化粧配合物中に5-30%の量で存在できる。

[0086]

本発明に係る化粧用組成物は、また界面活性剤及び/又は化粧用に活性な物質のための溶媒を含有できる。例えば、組成物が、抗発汗活性物質を含有する抗発汗組成物である場合、抗発汗活性物質は、溶液中の、例えば水、エタノール及び/又はプロピレングリコール(これらは、シリコーン油と混和しないかもしれない)中の組成物中に含まれることができ、そして組成物はまた抗発汗活性物質の溶液を組成物中に分散させるように界面活性剤を含むことができる。本発明に係る組成物が脱臭剤組成物である場合、組成物は通常の芳香剤及び/又は抗菌(抗微生物)剤を脱臭剤活性物質として含有できる。

[0087]

化粧用組成物に混合される種々の化粧用に活性な物質は、Yuhas・に付与された 米国特許第4,322,400号に開示され、その内容がその番号を引用してそ の全部を本明細書に加えられる。

[0088]

本明細書中において、"抗発汗活性"及び"脱臭剤活性"物質が議論されている。両タイプの物質は、身体の悪臭、例えばわきのしたの悪臭を減少させるために寄与する。身体の悪臭を減少させるとは、次のように意味する;即ち、一般に、組成物の適用なしのヒトの悪臭と比較して、組成物をヒトの皮膚に適用後身体の悪臭がより少ないことを言う。そのような減少は、悪臭のマスキング、悪臭物質の吸収及び/又は化学反応、例えば発汗から悪臭物質を生成する細菌のレベルの減少、発汗の減少などによることができる。適当な量で用いられる抗発汗活性物質は、発汗を減少させることにより悪臭を減少するように主に作用し;抗発汗活性物質はまた例えば抗微生物剤又は制菌剤として脱臭剤機能を有することもできる。脱臭剤活性物質は、実質的に発汗を減少させないが、しかし他の方法で悪臭を減少させる。例えば、悪臭をマスキングするか又は悪臭の強さを減少する脱臭剤;吸収剤;抗微生物(制菌)剤;又は脱臭物質と化学的に反応する薬剤の如くである。

[0089]

組成物が、抗発汗活性剤を含有する場合、あらゆる既知の抗発汗活性物質が利用できる。これらには、例として(そして限定する性質のものでない)、アルミニウムクロロヒドレート、塩化アルミニウム、アルミニウムセスキクロロヒドレート、ジルコニウムヒドロキシクロリド、アルミニウムージルコニウムグリシン 錯体(例えば、アルミニウムジルコニウムトリクロロヒドレックスグリ、アルミニウムジルコニウムペンタクロロヒドレックスグリ、アルミニウムジルコニウムペンタクロロヒドレックスグリ、アルミニウムジルコニウムオクトクロロヒドレックスグリ)、アルミニウムクロロヒドレックスPG、アルミニウムクロロヒドレックスPG、アルミニウムクロロヒドレックスPG、及びアルミニウムジクロロヒドレックスPEG、アルミニウム含有物質は、抗発汗活性アルミニウム塩として一般に言及されることができる。一般に、前記の金属抗発汗活性物質は、抗発汗活性な金属塩である。本発明に係る抗発汗組成物の実施態様において、そのような組成物はアルミニウム含有金属塩を含む必要はなく、そして他の抗発汗活性金属塩を含む、他の抗発汗活性物質を含むことができる。一

般に、医師の処方不要のヒト用のための抗発汗薬に関する食品医薬局のモノグラフ中に掲げられたカテゴリーIの活性な抗発汗成分が使用できる。加えて、モノグラフに掲げられていないあらゆる新規な薬、例えばアルミニウムニトレートヒドレート並びにジルコニルヒドロキシクロリド及びニトレートとその組み合わせ又は、アルミニウムースタナスクロロヒドレート(aluminium-stannous chlorohy drates)が、本発明に係る抗発汗組成物の抗発汗活性成分として混合できる。

[0090]

抗発汗活性剤は、組成物の全重量の0.1-30重量%、好ましくは15-25重量%の量で、本発明に係る組成物中に混合できる。用いられる量は、組成物の配合に依存するであろう。例えば、より広い範囲(例えば、0,1-10%)の小さい方の端の量では、抗発汗活性物質は、発汗の流れを実質的にに減少させないであろうが、しかし例えば抗微生物物質として作用することにより、悪臭を減少させるであろう。

[0091]

脱臭剤活性物質が、脱臭組成物を提供するために、本発明に係る組成物中に混合される場合、通常の脱臭の芳香剤及び/又は抗微生物剤が、脱臭の活性物質として混合できる。芳香剤は、組成物の全重量の0.5-3.0重量%の量で実例として加えることができる。既知の制菌剤には、制菌の第四級アンモニウム化合物、例えば2-rミノー2-xチルー1-x0パール(AMP)、セチルートリメチルアンモニウムブロミド、セチルピリジウムクロリド、20、4、4、4、一トリクロロー 20、一ヒドロキシジフェニルエーテル(Triclosan)、20、20 に重ないの上のです。 スページクロロフェニル) 尿素(Triclocarban)及び種々の亜鉛塩(例えば、亜鉛リシノレート)が、含まれる。制菌剤は、組成物の全重量の20、21、21、22 に含めることができる。Triclosanは、組成物の全重量の21、23 に表別として含めることができる。

[0092]

本発明に係る組成物は、香料、化粧用パウダー、着色剤、乳化剤、皮膚軟化薬、ワックス、オルガノシロキサン、脂肪エステル、脂肪アルコール、蜜蝋、ベヘ

ンオキシジメチコン、ステアリルアルコールなど及び他の化粧用用薬剤を含む化粧用組成物中に通常混合される他の化粧用添加剤を含有できる。混合される種々の他の成分に関して、次の米国特許に記載の着色剤、香料及び添加剤のような任意の成分に注目される:Tanner, et alに付与された米国特許第5,019,375号(その内容は、その番号を引用してそれらの全部が本明細書に加えられる);Shinに付与された米国特許第4,937,069号(その内容は、その番号を引用してそれらの全部が本明細書に加えられる)及びKusatに付与された米国特許第5,102,656号(その内容は、その番号を引用してそれらの全部が本明細書に加えられる)。任意の添加剤の使用は、勿論明澄さに不都合に働くかもしれない。

[0093]

組成物が、抗発汗組成物である場合、組成物は抗発汗活性剤に対する溶媒を含むこともできる。シリコーン油と混和しないこの溶媒は、実例として水、エタノール、プロピレングリコール及び/又はジプロピレングリコールであることができる。抗発汗活性剤を溶媒中に溶液で用いる場合、透明又は明澄な組成物を達成するために抗発汗活性剤溶液の屈折率を組成物の油部分の屈折率と調和させることが必要であろう。抗発汗活性物質を、粒状物質として基剤組成物中に懸濁させる場合、また前記のような明澄な又は透明な組成物を得るために活性物質及び基剤組成物の屈折率を調和させることが必要であろう。そのような屈折率の調和は、当該技術分野で既知の技術であり、そしてPCT(国際出願)の国際公開番号WO92/05767に示され、その内容は、その番号を引用してそれらの全部が本明細書に加えられる。抗発汗活性物質のための溶媒は、組成物の全重量の0-75重量%、好ましくは0-25重量%の量で組成物中に含めることができる。

[0094]

増粘剤のための溶媒は、増粘剤がその中で溶解できそしてそれからゲル化するような十分な量で組成物中に含められそしてシリコーン油(例えば、シクロメチコン及び/又はジメチコンのようなシリコーン油)を含む。従って、増粘剤は、溶媒中に溶解できそして例えば、その製造中に組成物を冷却すると、それからゲ

ル化できる。溶媒は、シリコーン油のみを含有するこれらの物質に限定されず、 そしてそのような他の溶媒が例えば活性な化粧用物質と相溶性でありそして特に 、明澄な化粧用組成物を得ることが望まれる場合、例えば、組成物の明澄性を不 都合に害することがない限り増粘剤に対して他の溶媒を含有できる。実例として 、そして制限されないが、溶媒はエステル(例えば、イソプロピルミリステート 及C12―15アルキルラクテート)、シリコーン油(例えば、シクロメチコン 、ジメチコン)、8-30個の炭素、特に12-22個の炭素を有するゲルベア ルコール(例えば、イソラウリルアルコール、イソセチルアルコール、イソステ アリルアルコール)、脂肪アルコール(例えば、ステアリルアルコール、ミリス チルアルコール、オレイルアルコール)、エタノール及びエトキシル化及びプロ ポキシル化アルコール (例えば、式CH3 (CH2)10CH2 (OCH2CH2)bO H(式中、bは4の平均値を有する)に一致するラウリルアルコールのポリエチ ルレングリコールエーテル(ラウレト-4ともよばれる))、PPG-14ブチル エーテル (ここで "PPG-14" 部分は、式H (OCH2C (CH3) H)。O H (式中、cは、14の平均値を有する)に一般に一致するプロピレンオキシド のポリマーである)又はPPG-3ミリスチルエーテル(これは、式CH₃(C H₂)₁₂ C H₂ (O C H (C H₃) (C H₂)_d O H (式中、d は、3の平均値を有 する)に一致するミリスチルアルコールのポリプロピレングリコールエーテルで ある)を含むことができる。溶剤の混合物も使用できる。勿論、ゲル化剤は米国 特許第5,500,209号に記載されるように、少なくとも高温で溶媒系に可 溶でなければならない。

[0095]

本発明に係る組成物は、好ましくはシリコーン混和性皮膚軟化薬を含む。実例としての皮膚軟化薬 (これは、本発明を限定しない)には、ゲルベアルコール (例えば、イソセチルアルコール又はイソステアリルアルコール);エステル (例えば、イソプロピルパルミテート、イソプロピルイソステアレート、オクチルステアレート、ヘキシルラウレート及びイソステアリルラクテート);室温で液体である炭化水素の液体混合物 (例えば、石油蒸留物及び軽鉱油);及びエタノールが含まれる。シリコーン混和性の溶媒 (皮膚軟化薬とも呼ばれる)は、組成物

の全重量の0-70重量%、好ましくは0-25重量%の量で本発明の組成物中に含めることができる。

[0096]

多相系が本発明の組成物として用いられる場合、好ましくは組成物は界面活性 剤又は界面活性剤のブレンドを含む。界面活性剤には、実例としてアルカノール アミド (例えば、N―アルキルピロリドン) 、エトキシル化アミド (例えば、式 RC(O)-NH-(CH₂CH₂O)_nH(式中、RCO-は牛脂から誘導され る脂肪酸を表しそしてnは50の平均値を有する)に一般に一致する牛脂酸(tal low acid)のポリエチレングリコールアミド(PEG-50牛脂アミドとも呼ば れる))、;アミンオキシド(例えば、コカミドプロピルアミンオキシド);エ トキシル化カルボン酸 (例えば、式CH₃ (CH₂) 10 C (O) - (OCH₂ CH₂) nO-C (O) (CH₂) 10CH₃ (式中、nは8の平均値を有する)に一般に 一致するラウリン酸のポリエチレングリコールジエステル(PEG-8ジラウレ ートとも呼ばれる));エトキシル化グリセリド(例えば、4モルのエチレンオ キシドを有するひまし油のポリエチレングリコール誘導体(PEG-4 ひまし油 とも呼ばれる)):グリコールエステル(例えば、プロピレングリコールリシノ レート);モノグリセリド(例えば、グリセロールミリステート);ポリグリセ リルエステル(例えば、ポリグリセリルー4-オレイルエーテル);多価アルコ ールエステル及びエーテル (例えば、スクロースジステアレート) ; ソルビタン /ソルビタンエステル (例えば、ソルビタンセスキイソステアレート) ;燐酸の トリエステル (例えば、トリオールエトー8ーホスフェート (主に平均8モルの エチレンオキシドを有する燐酸とエトキシル化オレイルアルコールのトリエステ ルである物質);エトキシル化アルコール(例えば、ラウレトー4);エトキシ ル化ラノリン (例えば、平均20モルのエチレンオキシドを有するラノリンのポ リエチレングリコール誘導体(PEG-20ラノリンとも呼ばれる));エトキ シル化ポリシロキサン (例えば、ジメチコンコポリオール) ;プロポキシル化ポ リオキシエチレンエーテル (例えば、ポリオキシプロピレン、式СН3 (СН2)) 14 C H 2 (O C H (C H 3) C H 2) x (O C H 2 C H 2) y O H (式中、x は5の 平均値を有しそして y は 2 0 の平均値を有する) に一般に一致するセチルアルコ

ールのポリオキシエチレンエーテル(PPG-5セテトー20とも呼ばれる)) ;及びアルキルポリグリコシド(例えば、ラウリルグルコース)が、含まれる。 界面活性剤(又は界面活性剤ブレンド)には、非イオン化合物が含まれ、そして またカチオンの(例えば、式 $R-NH-(CH_2CH_2O)_nH$ に一般に一致する 牛脂酸のポリエチレングリコールアミン(PEG-15 牛脂アミンとも呼ばれる))又はアニオンの(例えば、イセチオン酸のラウリン酸エステルのナトリウム 塩であるナトリウムラウロイルイセチオネート)界面活性剤とそれらのブレンド を含むこともできる。

[0097]

本発明に係る組成物中に混合される界面活性剤又はそれらのブレンドは、実例として、組成物の全重量の0-15重量%、好ましくは1-10重量%の量で含まれることができる。

[0098]

前記したように、本発明に係る組成物は、組成物中に混合される増粘剤の量に応じてクリーム(半固体又は軟質固体)、ゲル又はスティックであってよい。化粧用 "ゲル" と化粧用 "スティック" を定量的に区別することは困難である。一般に、ゲルは液体又はその形状を保持しえないペーストよりもより粘性である;しかしながら、スティックほど硬質でない。典型的には、ゲルは軟質の変形可能な製品であると理解され、一方スティックは自由直立の固体である。例えば、レオロジー分析により、市販用の脱臭スティックは、おおよそ10 5 Paのプラトー貯蔵弾性率 $^{\prime}$ ($_{\prime}$)及び10 $^{\prime}$ Pa秒の複素粘度(complex viscosity)(両方とも、0.1 rad-secの角振動数で)を有することが測定された。一方、市販用の抗発汗ゲルは、おおよそ10 3 Paの $^{\prime}$ ($_{\prime}$) 値及び10 $^{\prime}$ Pa秒の複素粘度(0.1 rad-secで)を有することが測定された。

[0099]

本発明に係る化粧用組成物は、増粘剤及びポリアミドゲル化剤に対する溶媒の 両方を含む(本発明において、ポリアミドゲル化剤及びゲル化剤に対する溶媒は 、活性な化粧用物質のためのビヒクルを与えそしてビヒクルとしてそのように設 計された)。

[0100]

好ましい実施態様のシリーズにおいて、本発明に係る基剤組成物及び化粧用組成物は、最終の組成物が固体組成物、例えばゲル又はスティックであるように十分な量の増粘剤を含有する。

[0101]

以下において、本発明の範囲内の組成物の説明となる実施例を述べる。これらの実施例は、本発明の実例となるものであり、本発明を限定するものでない。これらの実施例における成分の量は、組成物の全重量の重量%単位である。

[0102]

本発明に係る化粧用組成物は、普通の技術を用いて通常の容器に包装できる。例えば、組成物がスティック組成物である場合、未だ液体形にある組成物は当該技術分野で好都合に行われるように分配包装中に導入でき、次いで包装内で増粘するようにその中で冷却される。ゲル又は軟質固体の化粧用組成物が製造される場合、組成物は当該技術分野で好都合に行われるように分配包装(例えば、孔のある上面を有する包装)中に導入できる。しかる後、例えば皮膚の上に活性物質を付着させるために、当該技術分野で好都合に行われるように製品を分配包装から分配できる。

$[0\ 1\ 0\ 3\]$

組成物が特定の成分又は物質を含むか又は含んで成るものとして記載され、又は方法が特定の工程を含むか又は含んで成るものとして記載されている本明細書の全体に亘って、発明者により次のように意図される;即ち、本発明の組成物はまた詳述した成分又は物質から本質的に成るか又は成り、そしてまた詳述した工程から本質的に成るか又は成る。従って、本発明の開示の全体の亘って、本発明のあらゆる記載の組成物は、詳述した成分又は物質から本質的に成るか又は成り、そして本発明のあらゆる記載の方法は、詳述した工程から本質的に成るか又は成る。

[0104]

明細書及び請求の範囲の全体に亘って、全ての%は、重量%単位である。 本発明の好ましい特徴は、明澄な又は透明な化粧用組成物(例えば、明澄な又 は透明な脱臭剤又は抗発汗組成物)が提供できることである。本発明に係る語句 明澄な又は透明なは、その有用な辞書的定義を意味することが意図される;従っ て、本発明の明澄な、例えばスティック又はゲル抗発汗組成物は、その背後の物 を見ることを容易にする。これに対して、半透明の組成物(光を通過させるが) は、光を散乱させその結果、半透明の組成物の背後の物を明確に見ることはでき ない。不透明の組成物は、光を通過させない。本発明に関連して、ゲル又はステ ィックは、もしも試料1cm厚を通過する400-800nm範囲のあらゆる波 長の光の最大透過率が、少なくとも35%,好ましくは少なくとも50%である ならば、透明であるか又は明澄であると見なされる。ゲル又はスティックは、も しも試料を通過するそのような波長の光の最大透過率が、2%と35%未満の間 にあるならば、透明であるか又は明澄であると見なされる。ゲル又はスティック は、もしも光の最大透過率が2%未満であるならば、不透明であると見なされる 。透過率は、Bausch & Lmob Spectronic 88 Spectro-photometerのような分光光 度計(その使用範囲は、可視スペクトルを含む)の光線中に前記厚さの試料を置 くことにより測定できる。明澄の定義に関して、欧州特許出願公報第291.3 34A2を参照のこと。従って、本発明のよれば、透明(明澄)な、半透明な及 び不透明な組成物間で差異がある。

[0105]

本発明の特定の実施態様において、明澄な又は少なくとも半透明なゲル又はスティックである本発明の固体組成物 (例えば、抗発汗ゲル又はスティック組成物) を形成するためにポリアミドが用いられる。

[0106]

以下において、本発明のシロキサンをベースとするポリアミドを形成するために特定の合成実施例が説明され、そして本発明の範囲内の抗発汗及び脱臭剤組成物の特定の実施例も説明される。これらの特定の合成実施例及び実施例は、本発明に関して説明のためのものであり、本発明を制限するものではない。以下において、並びに本発明の開示に亘って、用いられた名称は、CTFA International Cosmetic Ingredient Dictionary (第4版、1991)に説明されるようなCTFA (Cosmeics, Toiletry and Fragrance Association, Inc) 名称である。

本発明の記載に亘って、化学の略語及び記号は、それらの通常のそして慣習的な意味を有する。とくに示さない限り、実施例 1-5で記載される真空は、水銀の5-20ミリメートルの範囲内である。特定のシロキサンをベースとするポリアミドが、以下の実施例において開示され又は使用されるけれども、次のように理解されるべきである;即ち、他のシロキサンをベースとするポリアミド(例えば、精製したシロキサン二酸、二無水物、ジエステル又は二酸塩化物で製造されたもの)も使用できそして本発明の精神及び範囲内である。

[0107]

【実施例】

実施例1-5:シロキサンをベースとするポリアミドの調製 実施例1

温度計、電気攪拌機及び冷却器を備えた3000mlの三口フラスコに、14 27.2gのジメチルシクロシロキサン、172.8gのテトラメチル二水素ジ シロキサン及び1.3gのトリフルオロメタンスルホン酸を装入した。フラスコ を80度に加熱し次いでこの温度で4時間保持した。4時間後に、25gの炭酸 水素ナトリウムを添加し次いでフラスコの内容物を80度でもう2時間混合した 。反応生成物 (15 D P ジメチル水素末端ブロック化ポリジメチルシロキサン) を、0.8ミクロンの濾紙を用いて濾過した。温度計、電気攪拌機、冷却器及び 窒素パージを備えた2000mlの三口フラスコに、800gの生成物(15D Pジメチル水素末端ブロック化ポリジメチルシロキサン)並びに塩化白金及びジ ビニルテトラメチルジシロキサンの中和錯体の十分量を、全組成物当たり5-1 5ppmPt金属の濃度で添加した。混合物を、混合しながら80℃に加熱した 。添加漏斗に325.0gのトリメチルシリル保護化ウンデシレン酸を入れ;物 質を反応器に滴下し次いで発熱量を観測した。完全に添加した後に、温度を11 0℃に高め次いで混合物を更に1時間反応させた。次いで真空下で約1時間温度 を150℃に上昇させた。真空を解除し次いで反応器を60℃未満に冷却した。 一度、60℃未満になったら、110.0gのメタノールを反応器に添加して次 いで温度を60℃に設定した。2時間後、温度を真空下で150℃に高め残留メ タノール及びトリメチルメトキシシランを除去した。温度計、電気攪拌機、冷却 器、窒素パージ及びディーンスターク(Dean Stark)トラップを備えた500m 1のフラスコに、100gの生成物(15 D P カルボン酸末端ブロック化シロキサン)、20 gのトルエン及び7. 19 gのヘキサメチレンジアミンを添加した。反応器の温度を4時間150℃に高めた。反応中に、水及びトルエンをディーンスタークトラップから定期的に除去した。最終のシリコーンポリアミドを、未だ溶融形の状態にある間に約150℃で流した。

実施例2

温度計、電気攪拌機及び冷却器を備えた3000mlの三口フラスコに、20 00.0gのジメチルシクロシロキサン、129.9gのテトラメチル二水素ジ シロキサン及び1.6gのトリフルオロメタンスルホン酸を装入した。フラスコ を80℃に加熱し次いでその温度で4時間保持した。4時間後、45gの炭酸カ ルシウムを添加し次いで80℃でもう2時間混合した。反応生成物を0.8ミク ロンの濾紙を用いて濾過した。温度計、電気攪拌機、冷却器及び窒素パージを備 えた2000mlのフラスコに、816gの生成物(30DPジメチル水素末端 ブロック化ポリジメチルシロキサン)及び実施例1で記載した白金触媒の十分量 を添加した。混合物を、混合しながら80℃に加熱した。添加漏斗に189.0 gのトリメチルシリル保護化ウンデシレン酸を入れ;物質を反応器に滴下し次い で発熱量を観測した。完全に添加した後に、温度を110℃に高め次いで混合物 を更に1時間反応させた。次いで真空下で約1時間温度を150℃に導いた。真 空を解除し次いで反応器を60℃未満に冷却した。一度60℃未満になったら、 57.1gのメタノールを反応器に加え次いで温度を60℃に設定した。2時間 後、温度を真空下で150℃に高め残留メタノール及びトリメチルメトキシシラ ンを除去した。温度計、電気攪拌機、冷却器、窒素パージ及びディーンスターク トラップを備えた500mlのフラスコに、250gの生成物(30DPカルボ ン酸末端ブロック化シロキサン)、40gのトルエン及び10.9gのヘキサメ チレンジアミンを添加した。反応器の温度を4時間150℃に高めた。反応中に 、水及びトルエンをディーンスタークトラップから定期的に除去した。最終のシ リコーンポリアミドを、未だ溶融形の状態にある間に約150℃で流した。

実施例3

温度計、電気攪拌機及び冷却器を備えた2000mlの三口フラスコに、13 94.4gのジメチルシクロシロキサン、5.6gのテトラメチル二水素ジシロ キサン及び0. 67gのトリフルオロメタンスルホン酸を装入した。フラスコを 80℃に加熱し次いでその温度で4時間保持した。4時間後、35gの炭酸カル シウムを添加し次いで80℃でもう2時間混合した。反応生成物を0.8ミクロ ンの濾紙を用いて濾過した。温度計、電気攪拌機、冷却器及び窒素パージを備え た2000mlのフラスコに、1200gの生成物(500DPジメチル水素末 端ブロック化ポリジメチルシロキサン)及び実施例1で記載した白金触媒の十分 量を添加した。混合物を、混合しながら80℃に加熱した。添加漏斗に16.5 gのトリメチルシリル保護化ウンデシレン酸を入れ;物質を反応器に滴下し次い で発熱量を観測した。完全に添加した後に、温度を110℃に高め次いで混合物 を更に1時間反応させた。次いで真空下で約1時間温度を150℃に導いた。真 空を解除し次いで反応器を60℃未満に冷却した。一度60℃未満になったら、 30.0gのメタノールを反応器に加え次いで温度を60℃に設定した。2時間 後、温度を真空下で150℃に高め残留メタノール及びトリメチルメトキシシラ ンを除去した。温度計、電気攪拌機、冷却器、窒素パージ及びディーンスターク トラップを備えた2000mlのフラスコに、988.5gの生成物(500D Pカルボン酸末端ブロック化シロキサン)、75gのトルエン及び3.07gの ヘキサメチレンジアミンを添加した。反応器の温度を4時間150℃に高めた。 反応中に、水及びトルエンをディーンスタークトラップから定期的に除去した。 最終のシリコーンポリアミドを、未だ溶融形の状態にある間に約150℃で流し た。

実施例4

温度計、電気攪拌機及び冷却器を備えた2000mlの三口フラスコに、1536.0gのジメチルシクロシロキサン、64.0gのテトラメチル二水素ジシロキサン及び1.3gのトリフルオロメタンスルホン酸を装入した。フラスコを80℃に加熱し次いでその温度で4時間保持した。4時間後、25gの炭酸水素カルシウムを添加し次いで80℃でもう2時間混合した。反応生成物を0.8ミクロンの濾紙を用いて濾過した(45DPジメチル水素末端ブロック化ポリジメ

チルシロキサン)。温度計、電気攪拌機、冷却器及び窒素パージを備えた300 $0 \, \text{m} \, 1 \, \text{のフラスコに、} \, 2 \, 0 \, 0 \, 0 \, . \, \, 0 \, g \,$ のジメチルシクロシロキサン、 $1 \, 2 \, 9 \, . \, \, 9$ gのテトラメチル二水素ジシロキサン及び1.67gのトリフルオロメタンスル ホン酸を装入した。フラスコを混合しながら80℃に加熱し次いでその温度で4 時間保持した。4時間後、45gの炭酸カルシウムを添加し次いで80℃でもう 2時間混合した。反応生成物を0.8ミクロンの濾紙を用いて濾過した(30D Pジメチル水素末端ブロック化ポリジメチルシロキサン)。温度計、電気攪拌機 、冷却器及び窒素パージを備えた2000mlのフラスコに、250gの生成物 (45DPジメチル水素末端ブロック化ポリジメチルシロキサン)、1250g の生成物 I I (30 D P ジメチル水素末端ブロック化ポリジメチルシロキサン) 及び実施例1で記載した白金触媒の十分量を添加した。混合物を、混合しながら 80℃に加熱した。添加漏斗に334gのトリメチルシリル保護化ウンデシレン 酸を入れ;物質を反応器に滴下し次いで発熱量を観測した。添加が終わった後、 温度を110℃に高め次いで内容物を更に1時間反応させた。次いで真空下で約 1時間温度を150℃に導いた。真空を解除し次いで反応器を60℃未満に冷却 した。一度60℃未満になったら、85.0gのメタノールを反応器に加え次い で温度を60℃に設定した。2時間後、温度を真空下で150℃に高め残留メタ ノール及びトリメチルメトキシシランを除去した。温度計、電気攪拌機、冷却器 、窒素パージ及びディーンスタークトラップを備えた2000mlのフラスコに 、1485.1gの生成物(45DP及び30DPカルボン酸末端ブロック化シ ロキサン)、100gのトルエン及び63.0gのヘキサメチレンジアミンを添 加した。反応器の温度を4時間150℃に高めた。反応中に、水及びトルエンを ディーンスタークトラップから定期的に除去した。最終のシリコーンポリアミド を、未だ溶融形の状態にある間に約150℃で流した。

実施例5

温度計、電気攪拌機及び冷却器を備えた3000mlの三口フラスコに、2000.0gのジメチルシクロシロキサン、129.9gのテトラメチル二水素ジシロキサン及び1.6gのトリフルオロメタンスルホン酸を装入した。フラスコを80℃に加熱し次いでその温度で4時間保持した。4時間後、45gの炭酸カ

ルシウムを添加し次いで80℃でもう2時間混合した。反応生成物を0.8ミク ロンの濾紙を用いて濾過した。温度計、電気攪拌機、冷却器及び窒素パージを備 えた2000mlのフラスコに、816gの生成物(30DPジメチル水素末端 ブロック化ポリジメチルシロキサン)及び実施例1で記載した白金触媒の十分量 を添加した。混合物を、混合しながら80℃に加熱した。添加漏斗に189.0 gのトリメチルシリル保護化ウンデシレン酸を入れ;物質を反応器に滴下し次い で発熱量を観測した。添加が終わった後に、真空下で約1時間温度を150℃に 導いた。次いで、真空を解除し次いで反応器を60℃未満の温度に冷却した。一 度60℃未満になったら、57.1gのメタノールを反応器に加え次いで温度を 60℃に設定した。2時間後、温度を真空下で150℃に高め残留メタノール及 びトリメチルメトキシシランを除去した。温度計、電気攪拌機、冷却器、窒素パ ージ及びディーンスタークトラップを備えた500mlのフラスコに、150g の生成物 (30DPカルボン酸末端ブロック化シロキサン)、39.1gのトル エン、5. 71gのヘキサメチレンジアミン及び0. 72gのトリス(2-アミ ノエチル)アミンを添加した。反応器の温度を4時間150℃に高めた。反応中 に、水及びトルエンをディーンスタークトラップから定期的に除去した。最終の シリコーンポリアミドを、未だ溶融形の状態にある間に約150℃で流した。

配合例

次の配合例は、本発明の実例となるものである。配合例において言及するように、実施例2のシロキサンをベースとするポリアミドが、そのような物質の合成において前記したような物質である。

実施例A:脱臭スティック

次の物質を一緒にする。与えられる量は、組成物の全重量に対する重量%である。

実施例2からのシロキサンをベースと 20% するポリアミド (ゲル化剤)

シクロメチコン (シリコーン油) 79%

芳香剤 (脱臭活性剤) 1%

合計 100%

実施例B

以下の内容は、明澄な抗発汗スティックに対する一般的な配合である。

成分範囲w/w%好ましい範囲w/w%油相シロキサンをベースとす6-2010-15

るポリアミドゲル化剤

シリコーン油 10-90 20-50

化粧用添加剤及び/又は 0-40 5-21

溶媒

芳香剤、色 適当に 適当に

極性相

水及び/又は水混和性溶 10-40 15-25

媒

抗発汗活性剤5-3015-25界面活性剤0-100.5-3合計100100

一般化した製造手順:

- 1) 芳香剤を除く全ての油相成分を秤量してケトルに入れ次いで混合しそして明 澄になるまで加熱し、70-80℃に冷却する。
- 2) 界面活性剤を除き全ての極性相成分を秤量してセパレートケトル(separate kettle)に入れ次いで混合しそして明澄になるまで加熱する。明澄になったら、界面活性剤を塩溶液に加える。極性相を70-80 に加熱し続ける。
- 3) 空気の混入を避けるために適度に撹拌しながら熱極性相を熱油相に加える。
- 4) 混合を継続しそして55-65℃に冷却し次いで芳香剤を添加する。
- 5) ゲル化点を 5-10 ℃超える温度に冷却し続け次いで容器に注入する。 実施例 C

良好な美的価値を有する次の明澄な抗発汗スティックを、実施例Bで記載した 一般的製造手順に従って製造した。

成分 w/w%

油相

実施例2のシロキサンをベースとする 12.00

ポリマミド

トリメチル化シリカ (Dow corning(登 2.50)

録商標)749)

ベヘノキシジメチコン (Abil (登録商 2.50)

標) Wax 2440)

シクロメチコン (Dow corning(登録商 29.37

標)245)

フェニルトリメチコン (Dow corning(10.00

登録商標)556)

イソステアリルアルコール (Prisorine 0.50

)(登録商標)3515)

極性相

脱イオン水

22.13

リ (Rezal (登録商標) 36 GP)

ポリソルベート20

1.00

実施例D-E

実施例D及びEを、下記に記載の成分を用いて実施例Bに記載の方法により製造した。実施例D及びEの組成物を、独立に訓練されたパネルにより試験しそして主な市販用の明澄な抗発汗スティックよりも著しくより良好な美的価値(粘着性及び湿り度);主な市販用の明澄な脱臭剤よりもより良い美的価値(粘着性);及び主な市販用の懸濁抗発汗スティックに類似の美的価値(粘着性)を有することが見出された。

成分 実施例D %w/w 実施例E %w/w

油相

シクロメチコン (Dow co

23.35 28.29

rning(登録商標)245)

実施例2のシロキサンを		1 2. 0 0	15.00
ベースとするポリアミド			
PPG-3ミリスチルエ		16.30	
ーテル(Witconol(登録商			
標)APM)			
ベヘノキシジメチコン(2.00	1. 50
Abil (登録商標) Wax 24			
40)			
イソステアリルアルコー		0.50	0.50
ル(Prisorine)(登録商標			
)3515)			
フェニルトリメチコン(5.00	10.00
Dow corning(登録商標)5			
56)			
トリメチル化シリカ (Do		1. 5	0
w corning(登録商標)749			
)			
極性相			
脱イオン水 1	8.85	21.21	
AlZrテトラヒドロヒ		20.00	20.00
ドレックスグリ (Rezal(
登録商標)36 GP)			
ジメチコンコポリオール		2.00	2.00
(Dow cornig (登録商標)			
193)			
実施例F-G			

実施例F-G

実施例F-Gの以下の組成物を、下記の成分を用いて実施例Bに記載した方法により製造した。これ等の組成物を、抗発汗性(antiperspirancy)に対して試験し、主な市販用抗発汗スティックと同等の有効性を示した。

成分	実施例F	% w / w	実施例G %wノ	/ w
油相				
シクロメチコン (Dow co	1		23.60	22.42
rning(登録商標)245 ₎				
実施例2のシロキサンを			12.00	12.00
ベースとするポリアミド				
PPG-3ミリスチルエ			16.30	16.30
ーテル(Witconol(登録商				
標)APM)				
ベヘノキシジメチコン(2.00	2.00
Abil (登録商標) Wax 24	ŀ			
40)				
イソステアリルアルコー			0.50	0.50
ル(Prisorine)(登録商標				
)3515)				
フェニルトリメチコン(,		5.00	5.00
Dow corning(登録商標)	5			
56)				
極性相				
脱イオン水	19.6	0	16.78	
AlZrテトラヒドロヒ			20.00	20.00
ドレックスグリ (Rezal(
登録商標)36 GP)				
ジメチコンコポリオール	,		1. 00	5.00
(Dow cornig (登録商標))			
193)				
ゲル宝ム例				

ゲル実施例

ゲル実施例1

次のゲル実施例を、下記の表に記載の成分を用いて次の方法で製造した。全て

の%は、組成物の全組成に対する重量に基づく。シクロメチコンのようなシリコ ーン油及びゲル化剤(本発明のシロキサンをベースとするポリアミド)を秤取し 次いで全てのゲル化剤が溶融するまで加熱及び撹拌しながら (毎分250回転) 、ガラスビーカーに入れる。これは、典型的には約100℃で行われる。全ての ゲル化剤が完全に溶解した後、油相の成分の残りをバッチに添加し、次いで混合 を10分間継続する。毎分300回転で混合しながら、極性相成分を10分に亘 って一部ずつ添加する。85℃の温度に保持しながら混合を毎分400回転で1 5 分間継続する。次いで、バッチを加熱されたホモジナイザーに移し次いで 2 分 間均質化する。次いで、芳香剤(もしも使用する場合)を添加しそしてもう1分 間混合を継続する。未だ熱い間にバッチをパッケージに移しそして硬化させる。 (以下の内容に注意のこと;即ち、特定の撹拌速度が上記に記載されたが、他の 値の低速度撹拌が250pmの代わりとなることができ;そして適度な速度の撹 拌が、300-400pm速度の代わりとなることができる。)一般に、成分の 好ましい範囲は、次の通りである:

油相(50-70%)

シロキサンをベースとす

0.5-8.0% 好まし

くは2-6%

るポリアミド

シリコーン油

20 - 60%

好ましくは35-45%

化粧用添加剤(複数)及

0-20% 好ましくは7

-15%

び/又は溶媒

界面活性剤

 $0 - 1 \ 0 \%$

好ましくは3-7%

芳香剤

0 - 3%

好ましくは1-2%

極性相(50-30%)

水(及び/又は水混和性

5-40% 好ましくは1

5 - 25%

溶媒)

抗発汗活性剤

10-25% 好ましくは15-25%

界面活性剤

0 - 5%

好ましくは1-2%

ゲル実施例2

油相

重量%

成分

%

シクロメチコン (Dow corning(登録商

4 1. 1 5

標)245)

実施例2のシロキサンをベースとする 2.35

ポリアミド

シクロメチコン及びジメチコンコポリ

6.00

オール(Dow Cornig(登録商標)3225C)

イソプロピルミリステート

4.50

PPG-3ミリスチルエーテル

4.50

芳香剤

1.00

オクチルメトキシシンナメート

0.50

合計

60.0000

極性相

成分

%

アルミニウムクロロヒドレート (50 40.00

%水溶液)

40.000

合計

100.000

ゲル実施例3

油相

成分

%

シクロメチコン (Dow corning(登録商

38.00

標)245)

実施例2のシロキサンをベースとする

6.00

ポリアミド

シクロメチコン及びジメチコンコポリ

6.00

オール(Dow Cornig(登録商標)3225C)

イソプロピルミリステート

4.50

PPG-3ミリスチルエーテル 4.50

芳香剤

1.00

合計

60.0000

極性相

成分

%

アルミニウムクロロヒドレート (50 40.00

%水溶液)

合計

40.000

ゲル実施例4:明澄なゲル

以下の成分(掲げた量は、重量%単位である)を用いて、ゲル実施例1に対する 上記の方法を繰り返した:

油相

シクロメチコン

41.15%

実施例2のシロキサンをベースとする 2.35%

ポリアミド

シクロメチコン/ジメチコンコポリオ 6.0%

ール

イソプロピルミリステート

4. 5%

PPG-3ミリスチルエーテル

4. 5%

芳香剤

1.0%

オクチルメトキシシンナメート 0.5%

極性相

アルミニウムクロロヒドレート(50 40.0%

%水溶液)

懸濁スティック実施例1:

実施例2のシロキサンをベースとするポリアミド(最終組成物の20重量%) を、撹拌しながら混合物を加熱することによりシクロメチコン (55重量%)中 に溶解する。全てのゲル化剤が溶解したら、混合物を75℃に冷却する。A1/ Zェテトラクロロヒドレックスグリ(24重量%、Reach(登録商標)908)を、撹 拌しながら添加する。混合物を70℃に冷却し次いで芳香剤(1重量%)を、撹 拌しながら添加する。混合物を、好ましい容器に注入し次いで冷却する。

【国際調査報告】

	INTERNATIONAL SEARCH RE	EPORT	Int tional Application No PCT/US 98/15846
A. CLASSIF IPC 6	ICATION OF SUBJECT MATTER C08G77/455 A61K7/32 A61K7/48		
B. FIELDS			
Minimum doc IPC 6	cumentation searched (classification system followed by classification COSG A61K	(elochnya	
Documentati	on searched other than minimum documentation to the extent that suc	ch documents are inc	uded in the fields equiched
Electronic da	ata base consulted during the international search (name of data bas	e and, where praptice	I, search terms used)
C. DOCUME	NTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category '	Citation of document, with indication, where appropriate, of the reter-	vant passages	Relevant to claim No.
P.X	WO 97 36573 A (COLGATE PALMOLIYE 9 October 1997 see claims 1,11,12,22,23,36,38 see page 7, line 7 - page 8, line see page 19, line 14 - page 20, l	: 12	1,31,32, 46,53
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 095, no. 010, 30 November 19 & JP 07 173395 A (KAO CORP), 11 see abstract	995 July 1995	1
A	GB 2-147 305 A (DAICEL HUELS LTD) 9 May 1985 see claim 1	-/	1
		<u>.</u>	
X Fun	their documents are listed in the continuation of box C.	X Paters fam	ily members are listed in annex.
"A" docum	alegories of cted documents ; sent defining the general state of the art which is not dered to be of particular relevance	or priority date	published after the international filing date and not in conflict with the application but tand the principle or theory underlying the
filing. "L" docum which citatk "O" docum other	ent which may throw doubts on priority claim(s) or is cited to establish the publication datale of another on or other special reason (as specified) sent referring to an oral discipsure, use, exhibition or means	cannot be con involve an invo "Y" document of pe cannot be con document is o	ricular relevance; the claimed invention sedered novel or cannot be considered to inflive stop when the document is taken alone ricular relevance; the claimed invention attempt to involve as inventive stop when the orbinal with one or mote other such docu- orbination being obvious to a person skilled
"P" docum	nent published prior to the international fiting date but than the priority date claimed	"&" document men	ber of the same patent family
	actual completion of theinternational search		of the international search report /1998
Name and	mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5618 Patentiaan 2	Authorized offi	cor
	NL - 2260 HV Piliwik Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 551 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Dept	iper, R

Form PCT/ISA/210 (second sheet) (July 1992)

1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

int ional Application No PCT/US 98/15846

		PC1/03 96/	
	Blan) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	lé	Relevant to claim No.
Category *	Gitation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages		
A	EP 0 545 002 A (KOSE CORP ;SHINETSU CHEMICAL CO (JP)) 9 June 1993 see claims 1,15 see page 2, 11ne 5 - 11ne 8		1
A	US 4 604 442 A (RICH JONATHAN D) 5 August 1986		1

Form PCT/ISAZ10 (continuation of second sheet) (July 1982)

page 2 of 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Int Sonal Application No PCT/US 98/15846

Patent document cited in search report	ļ	Publication date		Patent family member(9)	Publication date
WO 9736573	A	09-10-1997	AU AU WO	2430497 A 2601197 A 9736572 A	22-10-1997 22-10-1997 09-10-1997
GB 2147305	Α	09-05-1985	JP JP JP DE	1623342 C 2048010 B 60055021 A 3432509 A	25-10-1991 23-10-1990 29-03-1985 21-03-1985
EP 0545002	Α	09-06-1993	JP JP JP US	5140320 A 6040847 A 6040848 A 5412004 A	08-06-1993 15-02-1994 15-02-1994 02-05-1995
US 4604442	A	05-08-1986	CA DE FR GB JP JP	1250680 A 3610207 A 2579603 A 2173204 A,B 1935163 C 6060241 B 61258837 A	28-02-1989 09-10-1986 03-10-1986 08-10-1986 26-05-1995 10-08-1994 17-11-1986

Form PCT/IQA/210 (patent family annex) (July 1902)

フロントページの続き

EP(AT, BE, CH, CY, (81)指定国 DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, I T, LU, MC, NL, PT, SE), OA(BF, BJ , CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AP(GH, GM, K E, LS, MW, SD, SZ, UG, ZW), EA(AM , AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM) , AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, D K, EE, ES, FI, GB, GE, GH, GM, HU , ID, IL, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, M D, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL . PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, UZ, V N, YU, ZW

- (72)発明者 バー,モートン・エル アメリカ合衆国ニュージャージー州08816, イースト・ブランズウィック,ハミルト ン・ドライブ 22
- (72)発明者 カイ、ヘンアメリカ合衆国ペンシルバニア州19067、ヤードリー、コビントン・ロード 1659
- (72)発明者 エスポジト,アンソニー アメリカ合衆国ニュージャージー州07203, ローゼル,イースト・サード・アベニュー 414
- (72)発明者 フレアンドリック,ジョエル アメリカ合衆国ニュージャージー州08540, プリンストン,ローウェル・コート 110, ナンバー3
- (72)発明者 キング, ダグラス・ダブリュー アメリカ合衆国ミシガン州48642, ミッド ランド, アダムス・ドライブ 701
- (72)発明者 メンドリア,マイケル アメリカ合衆国ペンシルバニア州19147, フィラデルフィア,サウス・ジェスアッ プ・ストリート 412
- (72)発明者 ムーゲ,バルチャンドラ アメリカ合衆国ニュージャージー州08889, ホワイト・ハウス・ステーション,ブライ アー・ロード 15
- (72)発明者 ペトロフ,レーニン・ジャームズ アメリカ合衆国ミシガン州48706,ベイ・シティ,イースト・リバービュー 3140

- (72)発明者 シャンパー,トーマス アメリカ合衆国ニュージャージー州08512, クランベリー,ブルックサイド・コート 14
- (72)発明者 スキナー,マイケル・ウォード アメリカ合衆国ミシガン州48640,ミッド ランド,コリンウッド 3413
- (72)発明者 ビンセント、ポール・ジョゼフ アメリカ合衆国ニュージャージー州07849, ジェファーソン、ミニシンク・ロード 95
- (72)発明者 ウ, チン-ミン・キミー アメリカ合衆国ニュージャージー州08824, ケンダル・パーク, アダムス・ロード 4
- (72)発明者 ジンマーマン、ケネス・エドワード アメリカ合衆国ミシガン州48858、マウン ト・プレザント、ノース・メイン 404、 アパートメント・ナンバー3
- (72)発明者 コーウェル, デニス・ジェイ アメリカ合衆国ニュージャージー州08520, イースト・ウィンザー, コーンウォール・ドライブ 1
- F ターム(参考) 4C083 AB051 AB052 AB211 AB212 AB221 AB222 AC092 AC172 AC182 AC352 AC541 AC691 AC811 AC912 AD151 AD152 AD161 AD162 AD171 AD172 BB01 BB46 BB48 BB51 CC17 CC19 CC20 DD01 DD11 DD41 EE01 EE06 EE07 EE12 EE17

EE18

- 4J001 DA01 DB01 DB04 DB05 DB07
 DC10 EB72 EC05 EC08 EC09
 EC13 EC14 EC23 EC28 EC43
 EC44 EC86 EE67A EE83A
 FA01 FB03 FC03 FC05 FD01
 GA13 JA20 JB01 JB50
- 4J002 AB043 BB033 BB123 BD153
 BG063 CH053 CL07X CP03W
 CP053 CP17X DD076 DE146
 DE236 DJ016 DJ036 DJ046
 ED056 EH046 EN106 EN116
 EN136 ET016 EU046 EW046
 FD186 FD200 FD203 FD206
 FD313 FD316 FD33X GB00
 HA00 HA08

4J035 BA02 CA01N HA03 LB14